



Etude expérimentale du comportement des aérosols et de leurs dépôts dans un élévateur à godets : impact sur la contamination croisée en alimentation animale

Marine Leloup

► To cite this version:

Marine Leloup. Etude expérimentale du comportement des aérosols et de leurs dépôts dans un élévateur à godets : impact sur la contamination croisée en alimentation animale. Génie des procédés. Ecole des Mines de Nantes, 2012. Français. NNT : 2012EMNA0013 . tel-00731654

HAL Id: tel-00731654

<https://theses.hal.science/tel-00731654>

Submitted on 13 Sep 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE

Marine LELOUP

ÉCOLE DOCTORALE : SCIENCES POUR L'INGÉNIEUR, GÉOSCIENCES ET ARCHITECTURE

Thèse présentée en vue de l'obtention du grade de Docteur de l'École des Mines
Sous le label de l'Université Nantes Angers Le Mans

Discipline : Génie des procédés

Soutenue le 25 mai 2012 à l'École des Mines de Nantes

**Étude expérimentale du comportement des aérosols
et de leurs dépôts dans un élévateur à godets :**

Impact sur la contamination croisée en alimentation animale.

DIRECTEUR DE THÈSE :	SOLLIEC Camille , Maître de Recherches, GEPEA École des mines de Nantes
CO-DIRECTEUR DE THÈSE :	LE COQ Laurence , Professeur, GEPEA École des mines de Nantes
PRESIDENT DU JURY :	FAYOLLE Francine , Professeur, GEPEA Oniris
RAPPORTEURS :	GEHIN Evelyne , Professeur, CERTES Université Paris Est Créteil POUX Martine , Ingénieur de recherche HDR, LGC Ensiacet
MEMBRES DU JURY :	ARROYO Georges , Ingénieur divisionnaire, IRSTEA centre de Rennes PUTIER Fabrice , Directeur, Tecaliman (encadrant industriel)
MEMBRES INVITÉS :	ROUVERAND Stéphan , Ingénieur projet Pôle Agronomique Ouest BROCHARD Yves , Président, Tecaliman

Je dédicace cette thèse à mon futur mari, Médéric Gillet,
qui m'apporte un soutien sans faille dans tous les moments importants,
bons ou mauvais, passés ou futurs.

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de thèse Camille Sollicec qui a su m'orienter et me soutenir tout au long de ces travaux de recherches. Je remercie également Laurence Le Coq, co-encadrante de ce travail de thèse, pour m'avoir guidée et encouragée pendant ce travail de thèse. Merci enfin à Fabrice Putier pour m'avoir confié ce projet et accueillie chaleureusement pendant ces 3 années, au sein de son centre technique.

Merci ensuite à Martine Poux et Evelyne Gehin pour leur travail de rapporteurs ainsi que pour leur participation au jury. De même, je tiens à remercier Mr Georges Arroyo, membre du Jury, et Mme Francine Fayolle, présidente du jury. Toutes ces personnes ont contribué par leurs nombreuses remarques et suggestions à améliorer la qualité de ce mémoire, et je leur en suis très reconnaissant.

D'autre part, je remercie Mr Stéphane Rouverand pour sa participation au jury et son oreille attentive pendant les réunions d'avancement. De plus, Mr Yves Brochard m'a fait l'honneur de participer au Jury de soutenance et je l'en remercie profondément.

D'autre part, je transmets mes sincères remerciements à Stéphane Tichadou pour l'aide et le temps qu'il m'a accordé sur la construction du plan d'expériences et l'interprétation des résultats.

Je tiens ensuite à remercier toute l'équipe de Tecaliman, qui m'a aidée et soutenue pendant ces 3 années de dure labeur :

Un grand merci à Philippe Colace, Marianne Jouselin, Valérie Quemeneur et Aurélien Deslandes pour leur disponibilité et leur aide précieuse sur la partie expérimentale... et pour tous ces bons moments passés, à rigoler ou à râler, au pilote ou au labo ! Merci ensuite à Charlotte Chambouleyron et Jonathan Hemery, stagiaires sur ce projet, pour leur contribution à ce travail.

Un merci particulier à Marie Jouan et Virginie De Chasseval pour leur bonne humeur à toute épreuve et qui participe grandement à la bonne ambiance de l'équipe.

Merci ensuite à Sandy Rouchouse pour son soutien amical, dans le cadre du travail mais aussi à l'extérieur.

Un grand merci aussi à François Lucas pour toutes ces (bonnes) blagues, qui je dois avouer me donnent du fil à retordre pour rivaliser !

Merci enfin à Loïc Perrin, avec qui j'ai partagé le bureau cette dernière année, pour m'avoir supportée et surtout pour ses nombreuses relectures pendant l'écriture de ce mémoire.

Je tiens aussi à remercier les techniciens du département DSEE de l'École des Mines de Nantes : Yvan Gouriou pour sa collaboration lors de la conception de la station d'essais, François-Xavier Blanchet pour la mise en place des divers instruments de mesure et Patrick Brion pour l'installation et le démontage de la "cabane laser".

Pour finir, je remercie chaleureusement toute ma famille, et en particulier Médéric Gillet, pour leur soutien lors de ma soutenance et tout au long de ma thèse.

Résumé et mots-clés

La problématique des contaminations croisées (transfert inter-lots de micro-ingrédients : additifs et/ou produits médicamenteux) dans le secteur de la fabrication d'aliments pour animaux est entrée, depuis quelques décennies, au cœur des préoccupations de la profession. Ce phénomène se décompose en 2 processus distincts : le dépôt ou la mise en suspension de particules dans le système par un lot de fabrication, puis sa récupération par le ou les lots suivants. Plusieurs études expérimentales, en usine ou sur pilote, ont incriminé l'élévateur à godets situé juste après le mélangeur dans l'augmentation du niveau de contamination d'une ligne de fabrication. En effet, cet appareil de manutention achemine verticalement des mélanges pulvérulents de diverses matières premières, dont les additifs et/ou les produits médicamenteux. Leur transport est donc susceptible de générer des aérosols potentiellement contaminants, s'ils sont récupérés par les charges suivantes.

L'objectif de ces travaux est donc de comprendre dans quelles mesures cet appareil est source de transfert inter-lots, et plus précisément, quels sont les paramètres liés au fonctionnement de l'élévateur, qui modifient le taux de contaminations croisées.

Plusieurs outils de laboratoire ont été mis en œuvre pour répondre à ces questions. En particulier, la réalisation d'une série d'expérimentations selon un plan d'expériences factoriel, sur un banc d'essais, a permis de mettre en lumière le fort impact de certains facteurs sur le processus de contaminations croisées : d'une part, le mode de vidange du produit (lié à la vitesse de transfert des godets) en tête de l'élévateur et l'angle de la bavette de jetée agissent sur la quantité de micro-ingrédient déposée lors du passage d'un lot, et d'autre part, l'espace disponible autour des godets modifie la capacité du lot suivant à collecter les reliquats.

Ces informations ont ensuite été utilisées pour définir une position idéale des paramètres de l'élévateur, qui, sur le pilote, diminue le niveau de contaminations croisées.

Enfin, des observations des champs de vitesses pendant la jetée du pulvérulent ont apporté des explications partielles des mécanismes par lesquels ces paramètres agissent sur le taux de contaminations croisées.

Mots clés : transfert inter-lots, contamination croisée, aérosols, manutention de pulvérulents, alimentation animale, vélocimétrie laser

Abstract and key words

Cross contamination (carry-over of additives and/or medicated products) is a common issue in feed industry and, by extension in most of powder handling industries. Currently carry-over rate of a production line can be accurately defined but the causes are not identified yet because of a misunderstanding of this phenomenon. It can be split into 2 phases: firstly, particle deposit during one batch processing and then, their collecting during the following batches.

Several experimental studies, carried out on industrial sites or on test benches, charged the bucket elevator situated just after the mixer to be responsible for a significant increase of cross contamination rate of industrial feed production lines. Therefore this work focuses on this handling device. It transfers mixing of several raw materials in powdery forms, which may contain micro-ingredients (additives or medicated products)

The aim of this study is to understand how process operations affect cross contamination rates during bucket elevator handling.

A test bench of this handling device, a reference product and laboratory methods have been set up. Moreover, an experimental fractional factorial design highlights the effects of several process parameters: on one hand the discharge phase on elevator head (linked to belt velocity) and the discharge spout angle act on micro-ingredients deposit mass. On the other hand, spacing between buckets and the leg's inner surface influences micro-ingredients collected mass.

Furthermore, ideal position of process parameters has been defined. By this way, cross contamination rate on the test bench has been decreased from 9 to 7 percent.

Finally, velocity fields' observations during the discharge phase leads to better understanding of how these process parameters affect cross contamination rate.

Key words: carry-over of micro-ingredients, aerosols, powder handling, particle image velocimetry, animal feeding

Table des matières

Table des matières	i
Liste des tableaux	v
Liste des figures	vii
Liste des annexes.....	xii
1. Introduction générale	3
2. Contexte de l'étude.....	9
2.1. Histoire de l'alimentation animale.....	9
2.2. Problématique.....	10
3. Bibliographie / État de l'art.....	13
3.1. Les produits utilisés en alimentation animale	14
3.1.1. Des matières premières broyées aux granulés.....	14
3.1.2. Les additifs et les produits médicamenteux	20
3.1.2.1. Définition et intérêt en alimentation animale.....	20
3.1.2.2. Législation	22
3.2. La contamination croisée	24
3.2.1. Évolution de la définition en alimentation animale	26
3.2.2. Risques liés aux contaminations croisées.....	28
3.2.2.1. Risques pour les animaux non cibles.....	28
3.2.2.2. Risques pour l'alimentation humaine.....	28
3.2.2.3. Aspects économiques de la production d'aliments pour animaux.....	30
3.2.2.4. Législation	32
3.2.3. Évaluation du niveau de contamination d'une ligne de production	35
3.2.3.1. Matériels.....	36
3.2.3.1.1. Choix du traceur	36
3.2.3.1.2. Choix de l'aliment	38
3.2.3.2. Méthode.....	38
3.2.4. Moyens de maîtrise des contaminations croisées	40
3.2.5. Facteurs influençant les contaminations croisées	41
3.2.5.1. Facteurs liés aux produits	41
3.2.5.1.1. Distribution granulométrique des aliments.....	41
3.2.5.1.2. Electrostatisme	43
3.2.5.2. Facteurs liés aux pratiques.....	43
3.2.5.3. Facteurs liés aux procédés	44
3.2.5.4. Bilan.....	49

3.3.	L'élève à godets.....	49
3.3.1.	Principe de fonctionnement.....	50
3.3.2.	Intérêts de ce mode de transfert dans la profession	52
3.3.3.	Points critiques de l'élève liés aux contaminations croisées	53
3.3.3.1.	Remplissage au pied de l'élève	53
3.3.3.1.1.	Alimentation de l'élève	54
3.3.3.1.2.	Types de fond	55
3.3.3.2.	Vidange en tête d'élève (jetée).....	56
3.3.3.2.1.	Différents profils de vidange	56
3.3.3.2.2.	Mouvement du produit dans le godet pendant la vidange	59
3.3.3.2.3.	Trajectoire de jetée du produit.....	62
3.3.3.2.4.	Recyclage	63
3.3.3.2.5.	Évolution de la forme des godets.....	65
3.3.4.	Conception	67
3.3.5.	Génération d'aérosols pendant la manutention par un élève à godets	70
3.3.6.	Dépôts de particules fines dans l'élève	72
3.3.7.	Flux d'air et déplacements d'aérosols dans l'élève	74
3.3.8.	Déport de sangle.....	76
3.4.	Comportement physique des produits pulvérulents.....	77
3.4.1.	Propriétés physiques caractérisant le comportement du flux global	78
3.4.1.1.	Capacité d'écoulement d'un matériau pulvérulent : la coulabilité	78
3.4.1.1.1.	Angle de talus	80
3.4.1.1.2.	Compressibilité : rapport de masses volumiques	81
3.4.1.2.	Pulvéulence ou comportement de dissémination (ou émissivité).....	82
3.4.2.	Mise en suspension d'aérosols pendant la manutention.....	84
3.5.	Synthèse de l'étude bibliographique.....	87
4.	Matériel et méthodes.....	91
4.1.	Description du banc d'essais	92
4.1.1.	L'élève à godets	92
4.1.2.	Détermination des paramètres modulables.....	94
4.2.	Élaboration d'un produit de référence (ou produit modèle).....	96
4.3.	Méthodes expérimentales.....	99
4.3.1.	Traceur utilisé	99
4.3.2.	Déroulement des essais sur le pilote	100
4.3.2.1.	Essai " Traceur "	100
4.3.2.2.	Essai " Traceur + Collecteur ".....	101
4.3.3.	Déroulement des essais sur sites industriels.....	101

4.3.4.	Données de sortie	105
4.3.4.1.	Données " locales "	105
4.3.4.2.	Données " globales "	106
4.3.4.3.	Traitement et analyse des échantillons	107
4.4.	La méthode des plans d'expériences	107
4.4.1.	Principe général.....	108
4.4.2.	Application au cas de l'étude	108
4.4.2.1.	Définition des réponses étudiées	109
4.4.2.2.	Choix des facteurs.....	109
4.4.2.3.	Conception du plan d'expériences	111
4.4.2.3.1.	Plan factoriel complet 2^5	111
4.4.2.3.2.	Plan factoriel fractionnaire $2^{(5-1)}$	112
4.4.2.3.3.	Hypothèses	113
4.4.3.	Évaluation des incertitudes liées au protocole.....	113
4.4.3.1.	Incertitude de justesse	114
4.4.3.2.	Incertitude de répétabilité	117
4.4.3.3.	Incertitude globale.....	118
4.4.4.	Test de comparaison des moyennes.....	119
4.5.	Mesure des champs de vitesses pendant la vidange par Imagerie de particules	119
4.5.1.	Principe général.....	120
4.5.2.	Avantages et limites de la méthode	123
4.5.3.	Dispositif expérimental.....	123
4.5.4.	Intensité turbulente	124
4.6.	Caractéristiques physiques	125
4.6.1.	Masse volumique apparente et masse volumique tassée.....	125
4.6.2.	Granulométrie de masse (diamètre médian et pourcentage de particules fines)	126
4.6.3.	Angle de talus par éboulement	127
4.6.4.	Émissivité	128
5.	Résultats et discussion	131
5.1.	Transferts inter-lots de micro-ingrédients	132
5.1.1.	Comportement global	132
5.1.1.1.	Niveau de contamination	132
5.1.1.2.	Concentration des lots après passage dans l'élévateur.....	134
5.1.1.3.	Masse de dépôt de produit dans l'élévateur	135
5.1.1.4.	Concentration des dépôts en microtraceur	139
5.1.1.5.	Masse de dépôt de microtraceur dans l'élévateur.....	142
5.1.1.6.	Capacités de dépôts et capacités collectrice.....	145

5.1.1.7. Bilan.....	147
5.1.2. Résultats du plan d'expériences	147
5.1.2.1. Influence des facteurs sur la masse de microtraceur déposée	148
5.1.2.2. Influence des facteurs sur la masse de microtraceur collectée	151
5.1.2.3. Positions optimales des paramètres.....	156
5.1.3. Modèle théorique prévisionnel.....	157
5.1.4. Essais de validation sur sites industriels	161
5.1.5. Bilan de l'étude expérimentale des transferts inter-lots	163
5.2. Déplacements d'air et d'aérosols dans le système	165
5.2.1. Vitesse de l'air dans les brins de l'élévateur	165
5.2.2. Écoulements d'air, de produits et d'aérosols pendant la jetée	166
6. Conclusion et perspectives.....	181
Bibliographie.....	189
Annexe	199

Liste des tableaux

Tableau 1 : Caractéristiques granulométriques de 4 aliments après mélange	15
Tableau 2 : Différents appareils de manutention utilisés sur une ligne de production d'aliment du bétail (David, 1985)	18
Tableau 3 : Exemples de teneurs maximales en additifs dans les aliments destinés à des animaux non cibles (extrait de l'annexe de la directive 08/2009 de la Commission Européenne).....	33
Tableau 4 : Exemples de teneurs maximales en additifs dans les produits d'origine animale (extrait de l'annexe du règlement 124/2009 de la Commission Européenne)	34
Tableau 5 : Bilan des traceurs utilisés lors d'essais industriels - * coccidiostatique, ** antibiotique.....	37
Tableau 6 : Sources de contaminations croisées dans les équipements de manutention (Harner et al., 1996).....	45
Tableau 7 : Récapitulatif du choix du côté de l'alimentation d'un élévateur à godets en fonction du produit à transporté en alimentation animale. (Tecaliman).....	55
Tableau 8 : Différents types de vidange	57
Tableau 9 : Différents modes de fonctionnement d'un élévateur à godets.....	69
Tableau 10 : Relation entre les propriétés des produits en vrac et la conception de l'élévateur à godets sur la base de la littérature technique (FEM, 1989).....	69
Tableau 11 : Caractéristiques physiques des particules fines < 100 µm.....	71
Tableau 12 : Fraction de particules fines dans les aérosols collectés pendant la manutention par un élévateur à godets (Mina-Boac, 2006)	71
Tableau 13 : Résultats de la campagne de prélèvements des dépôts dans les élévateurs (Tecaliman, 2008).....	73
Tableau 14 : Classification de la coulabilité des poudres (d'après Carr, 1965).....	79
Tableau 15 : Caractéristiques et facteurs influant sur la coulabilité d'un matériau pulvérulent (Tenou, 2003)	80
Tableau 16 : Principales caractéristiques physiques d'un échantillon de produit de référence et de 3 aliments pour animaux - * voir p 125 (méthodes de mesure des caractéristiques physiques des aliments)	97

Tableau 17 : Caractéristiques physiques du microtraceur RF Blue Lake - * voir p 125.....	99
Tableau 18 : Caractéristiques des aliments utilisés pour les essais de validation sur sites industriels	103
Tableau 19 : Caractéristiques des élévateurs des usines A et B.....	104
Tableau 20 : Facteurs et niveaux retenus pour le plan d'expériences	110
Tableau 21 : Positions des paramètres procédés pour les essais de répétabilité sur pilote.....	113
Tableau 22 : Résultats du test analytique de comparaison des moyennes pour les masses totales de produit déposées dans l'élévateur à godets.....	136
Tableau 23 : Analyse de comparaison des moyennes pour les masses de dépôts sur chacune des zones de prélèvement.....	139
Tableau 24 : Analyse de comparaison des moyennes pour les masses de microtraceur déposées	144
Tableau 25 : Analyse statistique de comparaison des moyennes de l'interaction B*V sur la masse de microtraceur déposée	151
Tableau 26 : Comparaison statistique des moyennes pour l'interaction L*V sur la masse de microtraceur collectée.....	154
Tableau 27 : Comparaison statistique des moyennes pour l'interaction B*V sur la masse de microtraceur collectée.....	155
Tableau 28 : Positions optimales des paramètres pour maximiser ou minimiser les masses de microtraceur déposées et collectées.....	156
Tableau 29 : Estimation des masses de microtraceurs déposée et collectée pour les essais de répétabilité.....	159

Liste des figures

Figure 1 : Matières premières utilisées pour la fabrication d'aliments pour animaux dans l'Union Européenne (FEFAC, 2009).....	15
Figure 2 : Évolution de la forme des produits au cours de la fabrication d'un aliment pour animaux. De la matière première en grains (à gauche) aux granulés (à droite), en passant par le mélange de matières premières broyées.....	16
Figure 3 : Diagramme d'une usine de fabrication d'aliments pour animaux (en pré-dosage) - Les différentes formes des produits transférés.....	17
Figure 4 : Photographie et schéma d'une presse à granuler industrielle.....	18
Figure 5 : Répartition moyenne des coûts pour une usine de fabrication d'aliments pour animaux (base de données Tecaliman 1999-2010).....	19
Figure 6 : Schéma des processus de contaminations croisées vers l'avant et vers l'arrière.....	27
Figure 7 : Méthode d'évaluation du niveau de contamination d'une ligne de production d'aliments pour animaux.....	39
Figure 8 : Pourcentage de particules fines inférieures à 250 µm déposées (a) et quantité de cendres (b) dans différents appareils de manutention d'une même ligne de production (Jansen et Friedrich, 1982).....	42
Figure 9 : Influence de la concentration en poussière de l'additif sur le pourcentage de contamination du premier lot collecteur (Tecaliman, 1999) – $R^2 = 99,9\%$	42
Figure 10 : Évolution de la contamination d'un lot collecteur après le passage de 2 lots traceur dans lesquels les additifs sont incorporés dans l'élévateur avant mélangeur (à gauche) et directement dans le mélangeur (à droite) – Apelt et al. (1991).....	44
Figure 11 : Lieux de contaminations croisées dans une usine standard (Wild, 1999).....	46
Figure 12 : Contamination de lots d'aliment dans une usine (Deyoe, 1976).....	47
Figure 13 : Schéma des dépôts dans une vis d'Archimède (a) et dans un élévateur à godets (b) (d'après Crawley, 1998).....	47
Figure 14 : Évolution de la contamination du premier lot collecteur selon différents points de prélèvement : mélangeur, trémie sous-mélangeur, élévateur à godets, refroidisseur (d'après Strauch, 2002).....	48
Figure 15 : Photographies de têtes d'élévateurs industriels.....	50

Figure 16 : Vidange en tête d'élévateur	51
Figure 17 : Poulie de tête pleine.....	51
Figure 18 : Sangle et godets d'élévateur	51
Figure 19 : Poulie de pied "cage d'écureuil"	51
Figure 20 : Schéma d'un élévateur à godets.....	51
Figure 21 : Comparaison de la consommation énergétique d'un élévateur à godets par rapport à un transport pneumatique (Bojdys, 2002)	53
Figure 22 : Élévateur alimenté via une vis, par le brin montant (a). Élévateur alimenté via un transporteur à bande, par le brin descendant (b) – www.fao.org	54
Figure 23 : Pied d'élévateur traditionnel (a) et à fond rasant (b) - Farioli (1999).....	56
Figure 24 : Schéma de la poulie de tête.....	57
Figure 25: Résultats numériques (obtenus par DEM) et expérimentaux sur banc d'essais (Katterfeld et Gröger, 2007).....	58
Figure 26 : Théorie des pôles développée par Müller (1918a).....	60
Figure 27 : Limites entre les 3 types de vidange (Müller, 1918)	61
Figure 28 : Premières étapes d'une vidange centrifuge (Beverly et al., 1983)	62
Figure 29 : Trajectoires de jetée d'un matériau pulvérulent à des vitesses linéaires de sangle et des profondeurs de godets différentes (d'après Franke, 1991)	63
Figure 30 : Évolution de la forme des godets (société STIF)	65
Figure 31 : Godet classique (a) et godet logarithmique (b) – Koster, 1984	66
Figure 32 : Formes de godets expérimentées (Jaluski, 2008) de gauche à droite : forme polie, forme logarithmique, tulipe, type C (monobloc embouti), godet américain.....	66
Figure 33 : Forme optimale d'un godet pour une vidange centrifuge (Jasluski, 2008)	67
Figure 34 : Schéma de choix du type d'élévateur (Kugel, 1998)	68
Figure 35 : Pied (à gauche) et gaine montante de l'élévateur (à droite).....	72
Figure 36 : Dépôts au niveau de la tête de l'élévateur. De gauche à droite, usines 1, 2 et 3	72
Figure 37 : Flux d'air et déplacements d'aérosols au niveau de la tête de l'élévateur à godets	75
Figure 38 : Flux d'air et déplacements d'aérosols au niveau du pied de l'élévateur à godets...	76
Figure 39 : Méthodes de mesures de l'angle de talus	81
Figure 40 : Schéma des mécanismes mis en jeu lors d'une chute de poudre (d'après Ansart, 2009)	83
Figure 41: Mécanismes de l'effet d'inertie : impaction (a), turbulence (b), centrifugation (c).	85

Figure 42 : Schéma du mécanisme de thermophorèse	86
Figure 43 : Station d'essais pilote - photographie et schéma	93
Figure 44 : Diagramme décisionnel pour la conception d'un élévateur à godets dans l'industrie de fabrication d'aliments pour animaux	94
Figure 45 : Dispositif de récupération du reflux dans le brin descendant	95
Figure 46 : Épis de maïs – 1) cœur de la rafle, 2) ceinture ligneuse, 3) périphérie	96
Figure 47 : Distribution granulométrique en masse, du produit de référence	97
Figure 48 : Mélangeuse à pâles pilote	98
Figure 49 : Colonne et buses de pulvérisation	98
Figure 50 : Schéma de la méthode de quartage utilisée pour vérifier l'homogénéité de la répartition de l'huile dans le produit de référence.....	98
Figure 51 : Homogénéité de la répartition de l'huile dans le produit de référence.....	99
Figure 52 : Zones de prélèvements des dépôts après essai	105
Figure 53 : Diviseur	106
Figure 54 : Diviseur à rifles	107
Figure 55 : Principe général d'un plan d'expériences	108
Figure 56 : Schémas des niveaux des facteurs "espace godet-gaine" (G) (a) et "angle de la bavette de jetée" (B) (b), définis pour le plan d'expériences	111
Figure 57 : Plan des essais du plan d'expériences	112
Figure 58 : Schéma de décomposition de l'incertitude	114
Figure 59 : Diagrammes d'Ishikawa pour les sources d'incertitudes concernant les masses de dépôts, les masses de microtraceur et les concentrations en microtraceur	116
Figure 60 : Schéma du principe de fonctionnement de la PIV (Doc Dantec Dynamics)	120
Figure 61 : Principe de génération optique d'une série de couples d'images (Doc Dantec Dynamics)	121
Figure 62 : Séquencement des acquisitions des doublets d'images au cours du temps.....	121
Figure 63 : Principe du " découpage " des images instantanées en fenêtres d'interrogation ..	122
Figure 64 : Inter-corrélation des niveaux de gris d'un couple de fenêtres d'interrogation	122
Figure 65 : Dispositif expérimental pour les mesures PIV	124
Figure 66 : Schéma (a) et photographie (b) du matériel utilisé pour la mesure des masses volumiques apparente et tassée	125
Figure 67 : Schéma (a) et photographie (b) de la colonne granulométrique	126

Figure 68: Schéma de la méthode de mesure de l'angle de talus par éboulement (ATE)	127
Figure 69 : Schéma du tambour rotatif utilisé pour la mesure d'émissivité des produits.....	128
Figure 70 : Niveaux de contamination observés sur les 3 essais de répétabilité (A, B, C) et les 16 essais du plan d'expériences (1 à 16), exprimé en %	133
Figure 71 : Concentrations des lots traceurs (a) et collecteurs (b) après leur passage (ppm) dans l'élévateur pour les essais " Traceur + collecteur "	134
Figure 72 : Masses totales des dépôts dans l'élévateur après essais (grammes)	135
Figure 73 : Évolution du diamètre médian (a) et de la proportion en masse de particules fines (b), dans les lots, avant et après passage dans l'élévateur (moyennes sur les 16 essais " traceur " du plan d'expériences)	137
Figure 74 : Répartition des dépôts dans l'élévateur (g)	137
Figure 75 : Répartition relative des dépôts dans l'élévateur (% de la masse totale de produit déposée) – les barres verticales représentent les valeurs minimum et maximum.....	138
Figure 76 : Concentration des dépôts - ppm (moyennes sur les 3 essais répétabilité et les 16 essais du plan d'expériences)	140
Figure 77 : Proportion de particules fines (%) de diamètre compris entre 125 et 200 μm (a) et inférieur à 125 μm (b) pour chacune des zones de prélèvement.....	141
Figure 78 : Masse totales de microtraceur déposé dans l'élévateur (mg).....	143
Figure 79 : Répartition du microtraceur déposé dans l'élévateur (mg)	143
Figure 80 : Répartition relative du microtraceur déposé dans l'élévateur sur les zones de prélèvement (% de la masse totale de microtraceur dans les dépôts).....	144
Figure 81 : Capacités de dépôts (%) calculées pour l'ensemble des essais réalisés	145
Figure 82 : Capacités collectrices (%) calculées pour l'ensemble des essais réalisés	146
Figure 83 : Contribution des facteurs et des interactions (diagrammes de Pareto) à la masse de microtraceur déposée (%)	148
Figure 84 : Effet des facteurs seuls sur la masse de microtraceur déposée (mg).....	149
Figure 85 : Effets des interactions d'ordre un (entre 2 facteurs) sur la masse de microtraceur déposée (mg)	149
Figure 86 : Influence de l'interaction B*V sur la masse de microtraceur déposée (mg).....	150
Figure 87 : Contribution des facteurs et des interactions (diagramme de Pareto) à la masse de microtraceur collectée (%)	152
Figure 88 : Effets des facteurs seuls sur la masse de microtraceur collectée (mg).....	153

Figure 89 : Effets des interactions d'ordre 1 (entre 2 facteurs) sur la masse de microtraceur collectée (mg)	153
Figure 90 : Interactions d'ordre 1 influentes sur la masse de microtraceur collectée (mg) : Liaison/Vidange (a) et Bavette de jetée/Vidange (b)	154
Figure 91 : Répartition des principaux effets sur les différentes zones de prélèvement	157
Figure 92 : Modèle théorique pour la masse de microtraceur déposée par le passage d'un lot traceur	158
Figure 93 : Modèle théorique pour la masse de microtraceur collectée lors du passage d'un lot collecteur	159
Figure 94 : Linéarité du facteur G pour les masses de microtraceur déposée et collectée	160
Figure 95 : Capacités de dépôts pour les essais sur sites industriels et leurs équivalents sur pilote avec les mêmes aliments puis avec le produit de référence	161
Figure 96 : Matrice de corrélations de Pearson (pf : particules fines).....	162
Figure 97 : Vitesse d'air dans le brin montant de l'élévateur pilote (1,5 cm de la paroi), pendant le passage d'un lot de produit de référence : trait plein : vitesse instantanée, pointillés : vitesses moyenne sur la durée du passage d'un lot.....	165
Figure 98 : Prises de vue du comportement de produits pour différents modes de vidange ..	167
Figure 99 : Influence du mode de vidange sur la jetée du produit en tête d'élévateur.....	169
Figure 100 : Profils de la composante verticale de la vitesse au-dessus de la bavette de jetée pour plusieurs vitesses de sangles – l'axe des abscisses représente la position dans la zone de vidange	170
Figure 101 : Influence de l'angle de la bavette de jetée sur la vidange du produit en tête d'élévateur – l'axe des abscisses représente la position dans la zone de vidange	172
Figure 102 : Débit massique du reflux dans le brin descendant en fonction du mode de vidange et de la position de la bavette de jetée	173
Figure 103 : Exemple de comportement instantané	174
Figure 104 : Influence du mode de vidange sur l'intensité turbulente des zones de remontée de particules poussiéreuses	175

Liste des annexes

Annexe 1 : Types d'additifs utilisés en alimentation animale	199
Annexe 2 : Principaux résultats du questionnaire envoyé aux industriels de l'alimentation animale au début de l'étude.....	201
Annexe 3 : Formules des aliments utilisés pour les essais industriels (Usine A et Usine B).	205
Annexe 4 : Méthode des plans d'expériences.....	207

Introduction générale

1. Introduction générale

Le transfert inter-lots (TIL) de matières premières, et en particulier de micro-ingrédients (additifs et/ou produits médicamenteux) est entré, depuis quelques décennies, au centre des préoccupations de l'industrie de fabrication d'aliments destinés aux animaux. Dans le cas des micro-ingrédients, ces transferts portent le nom de contaminations croisées.

Les législations récentes à ce sujet obligent les industriels du secteur à mesurer, contrôler et réduire au maximum le taux de contamination de leurs lignes de fabrication. Plusieurs études expérimentales, sur sites industriels ou sur pilote, ont mis en exergue l'augmentation de ce taux engendrée par l'élévateur à godets situé juste après le mélangeur (élévateur à godets post-mélangeur).

L'objectif de cette étude est donc **d'identifier les paramètres procédés de cet appareil de manutention qui agissent sur ce phénomène, de quantifier leurs effets, et de comprendre les mécanismes physiques liés aux mouvements d'air et d'aérosols, qui entrent en jeu dans ce processus.**

Ce manuscrit est constitué de **cinq grandes parties** :

- Tout d'abord, un bref historique de la profession de l'alimentation animale et une explication de la problématique de cette étude sont développés, afin d'en situer le **contexte global**.
- Puis, **le premier chapitre établit un état de l'art** sur les principaux axes associés au phénomène de contamination croisée :
 - Dans un premier temps les produits (matières premières et micro-ingrédients) et les procédés de fabrication utilisés pour la production d'aliments sont décrits.
 - La problématique des contaminations croisées proprement dites est abordée par la suite. Ce terme et son évolution au cours des dernières décennies, sont définis précisément. Les risques engendrés sont évalués afin d'en mesurer les enjeux, pour l'animal et pour l'homme. En outre, les différentes législations, nationale et européenne, sont exposées

et la méthode préconisée pour l'évaluation du taux de contamination croisée d'une ligne de fabrication industrielle est détaillée.

- Pour continuer, les facteurs susceptibles d'influencer le niveau de TIL, liés aux produits qui composent la formule de l'aliment, aux procédés de fabrication et aux pratiques industrielles (ordonnancement des lots, procédures de rinçage et de nettoyage, modes d'incorporation des micro-ingrédients et/ou des matières grasses...) sont mis en lumière et le cas particulier de l'élévateur à godets post-mélangeur est souligné.
- L'étude bibliographique se focalise après sur cet appareil de manutention, fortement concentrateur d'aérosols et particulièrement générateur de contaminations croisées. Tout d'abord son fonctionnement, ses caractéristiques ainsi que l'intérêt de sa forte utilisation dans la profession sont évoqués. Enfin, nous verrons dans quelle mesure la manutention d'un produit pulvérulent via un élévateur à godets engendre la mise en suspension de particules fines (de l'ordre de 100 μm) et comment celles-ci, par interaction avec les écoulements d'air dans le système, participent au phénomène de contamination croisée.
- **Le deuxième chapitre décrit les démarches mises en œuvre** pour, d'une part, identifier les paramètres de l'élévateur, ayant un effet sur la contamination croisée, et d'autre part, comprendre les mécanismes physiques associés.
 - Pour ce faire, un banc d'essais a été construit et un produit de référence a été conçu. Les protocoles d'expérimentation mis en place, sur le pilote et sur sites industriels, sont décrits. De plus, un plan d'expériences a été élaboré dans le but de quantifier les effets des paramètres du procédé sur la contamination croisée.
 - Ensuite, les moyens mis en œuvre pour observer les écoulements d'air et d'aérosols ainsi que le dispositif expérimental installé au niveau de la tête de l'élévateur pilote sont expliqués.
 - Enfin, les méthodes utilisées en laboratoire pour mesurer les caractéristiques physiques des échantillons de pulvérulent sont détaillées.
- **Le troisième chapitre expose et discute les principaux résultats.** Il met en évidence les facteurs procédés qui ont un effet notable sur le phénomène de TIL et apporte des éléments intéressants qui permettent une meilleure compréhension des mécanismes physiques qui mènent à des variations du niveau de la contamination croisée dans un élévateur à godets.

- Pour finir, **la dernière partie propose un résumé des conclusions de l'étude**, des apports scientifiques et industriels puis des **perspectives** pertinentes pour la suite.

Contexte de l'étude

2. Contexte de l'étude

2.1. Histoire de l'alimentation animale

Depuis 1900, la consommation de pain des français a chuté régulièrement jusqu'à être quasiment divisée par trois. L'alimentation du bétail offre aux spécialistes du travail du grain de cette période (meunerie, minoterie), une opportunité de reconversion. L'industrie française de l'alimentation animale commence à s'organiser réellement au début des années 1930 et connaît un véritable essor après la seconde guerre mondiale, dans les années 1950. Elle joue alors un rôle essentiel dans le développement de l'élevage industriel.

Les avancées scientifiques de cette époque ont démontré l'étroite relation qui existe entre la santé des animaux et leur équilibre nutritionnel (intérêt des vitamines et de certains oligo-éléments). Ainsi, la fabrication de rations pour les animaux selon des méthodes scientifiques, ouvre la voie à une science nouvelle : la zootechnie (étude sur les performances des animaux) qui permet désormais un contrôle de la croissance des animaux et de la qualité de leurs produits dérivés tout en maîtrisant les coûts de production.

De 1950 aux années 2000, l'industrie de l'alimentation animale française connaît un développement considérable : la production est multipliée par plus de 40, passant de 0,5 à plus de 22 millions de tonnes annuelles. Beaucoup d'améliorations techniques et scientifiques ont été apportées aux formules des aliments. Depuis les crises alimentaires de la fin du siècle dernier, et en particulier la crise de l'ESB (Encéphalopathie Spongiforme Bovine, plus communément appelée crise de la " vache folle ") cette industrie se focalise de plus en plus sur ses méthodes et ses procédés de fabrication, qui n'avaient pas connu, d'évolutions technologiques depuis les années 30.



Publicités revue "Le Porc" (AFAB, 2002)

2.2. Problématique

Dans le secteur de la fabrication d'aliments pour animaux, la contamination croisée (ou transfert inter-lots de micro-ingrédients) est une problématique devenue très importante. Ce phénomène, consistant au transfert d'un élément non désiré d'un lot d'aliment à un autre, est soumis depuis quelques années à des réglementations, française et européenne. Celles-ci obligent les industriels de la profession à contrôler et réduire le taux de contamination des lignes de production. Plusieurs études expérimentales, menées en usines ou sur pilote, ont incriminé l'élévateur à godets situé juste après le mélangeur.

Malgré de nombreuses avancées, dans la gestion des produits et des procédés, pour diminuer ces taux de transfert inter-lots, les travaux effectués restent très empiriques. De plus, les méthodes et moyens développés sont essentiellement basés sur les dizaines d'années d'expériences des industriels.

Les travaux réalisés au cours de cette thèse ont pour objectif de comprendre comment les paramètres procédés d'un élévateur à godets de type post-mélangeur influencent la contamination croisée générée par cet appareil.

Première partie
Bibliographie / État de l'art

3. Bibliographie / État de l'art

Ce chapitre décrit l'état des connaissances scientifiques et industrielles sur la problématique de la contamination croisée dans les élévateurs à godets de l'industrie de fabrication d'aliments pour animaux.

Tout d'abord, une description des produits utilisés et des procédés de fabrication des aliments est réalisé. Elle permettra de cerner les contraintes principales de la profession, et en particulier l'incorporation d'additifs et de produits médicamenteux dans les formules d'aliments, qui sont à l'origine du phénomène de contamination croisée.

Dans un deuxième temps, le processus de transfert inter-lots est expliqué ainsi que les enjeux qui y sont associés et la législation concernée. Par la suite, nous verrons comment est effectuée l'évaluation du taux de contamination d'une ligne de production industrielle et les moyens de maîtrise actuels. De plus, les facteurs susceptibles d'influencer le niveau de contamination croisée, identifiés dans la littérature sont référencés, et en particulier le rôle de l'élévateur à godets situé juste après le mélangeur.

Enfin, nous nous focaliserons sur cet appareil de manutention, son fonctionnement et les processus qui sont à l'origine du phénomène de contamination croisée.

3.1. Les produits utilisés en alimentation animale

3.1.1. Des matières premières broyées aux granulés

La manutention de produits sous forme pulvérulente (matières premières broyées) est très largement répandue dans l'industrie agroalimentaire et en particulier en alimentation animale. Les usines de fabrication d'aliments pour animaux fabriquent des granulés en fonction des formulations établies par les nutritionnistes afin de répondre aux besoins des animaux, en fonction de leur nature et de leur âge, et aux exigences particulières des producteurs et éleveurs. Les granulés complets sont composés de matières premières broyées (blé, maïs, soja, tourteaux,...), de minéraux (carbonates, phosphates,...) et de liquides (graisses, mélasse, enzymes,...). La Fédération Européenne des Fabricants d'Aliments Composés (FEFAC) décrit, dans son rapport de 2009, les moyennes annuelles des matières premières utilisées pour la fabrication d'aliments destinés au bétail (Figure 1). Ainsi, ces derniers sont composés essentiellement de céréales fourragères¹ (48%), de tourteaux d'oléagineux² (28%) et d'autres coproduits des industries agro-alimentaires (12%). France Agrimer (2010) considère qu'en ce qui concerne les aliments destinés aux volailles et aux porcs, la part en volume de céréales est proche de 60% alors qu'elle est proche du quart pour les aliments bovins.

De fait, la matrice de ces aliments est probablement la plus complexe du mélange moderne, toutes industries confondues, en raison des disparités d'échelle (granulométrie, forme, etc.) qui existent entre les différents ingrédients (Pickard et Marchetti, 1998).

¹ Céréales destinées à l'alimentation des animaux, et en particulier du bétail (bovins, porcins, caprins...)

² Résidus solides obtenus après extraction de l'huile de graines ou de fruits

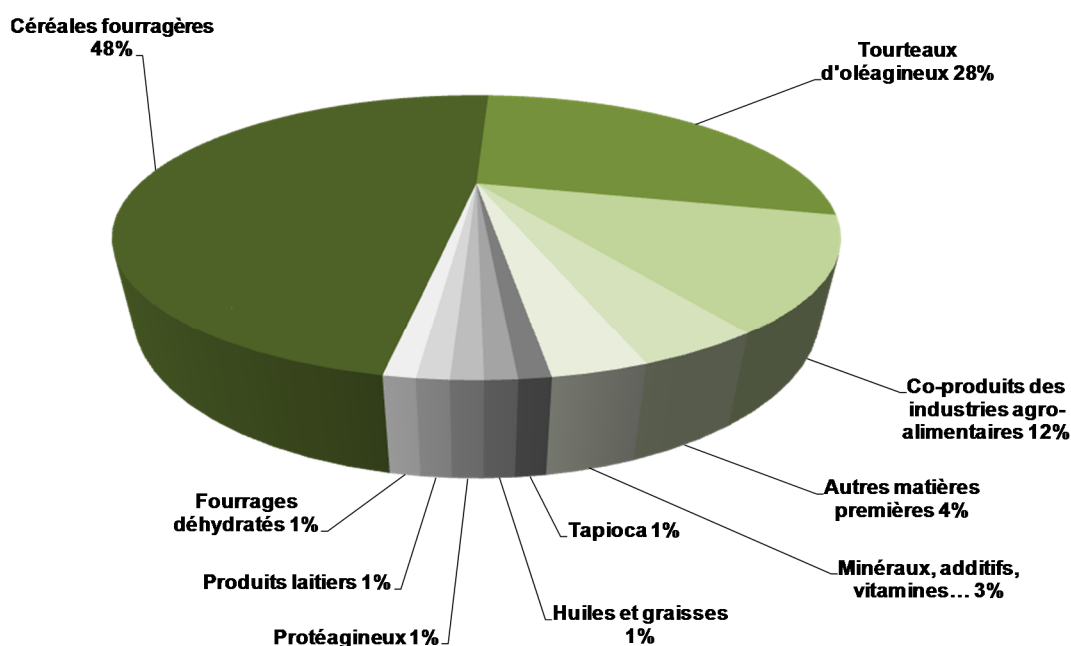


Figure 1 : Matières premières utilisées pour la fabrication d'aliments pour animaux dans l'Union Européenne (FEFAC, 2009)

Le Tableau 1 met en évidence, d'une part, la disparité de granulométries au sein d'un même aliment après passage dans le mélangeur, et d'autre part, les différences entre plusieurs aliments. Par exemple, un aliment destiné aux poussins (poulet croissance) a un diamètre médian deux fois moins important qu'un aliment pour les poulets proches de l'abattage (poulet finition). Cependant, l'aliment croissance a une teneur en matières grasses beaucoup plus élevée, diminuant donc la quantité de particules fines (pf) inférieures à 125 µm.

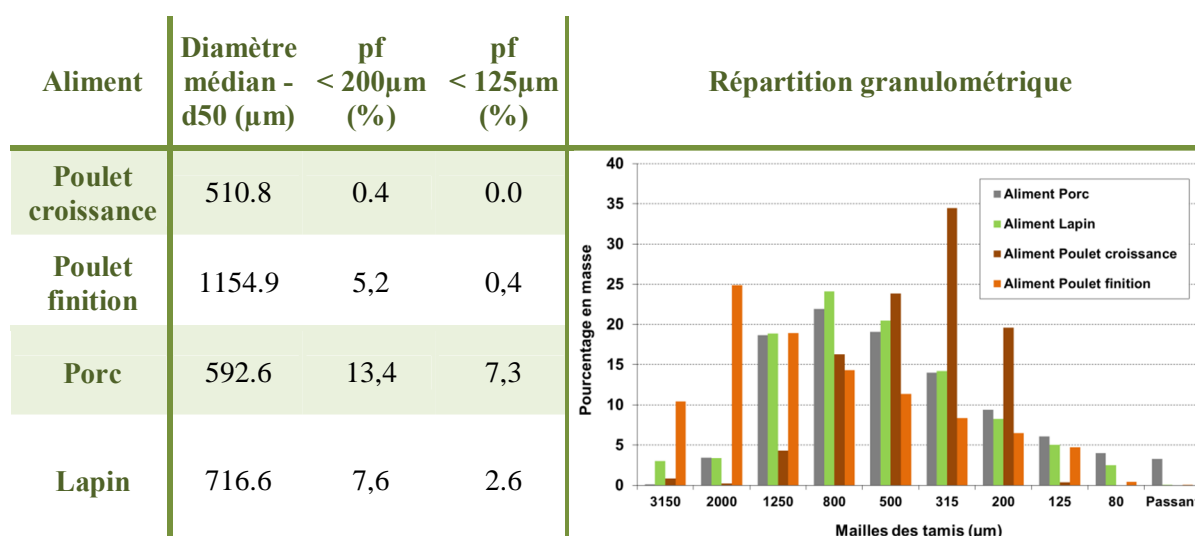


Tableau 1 : Caractéristiques granulométriques de 4 aliments après mélange

En outre, l'industrie de fabrication d'aliments du bétail présente une spécificité importante : la forme des produits manipulés évolue grandement au cours du processus de fabrication de la matière première brute jusqu'aux granulés expédiés aux éleveurs (Figure 2).



Figure 2 : Évolution de la forme des produits au cours de la fabrication d'un aliment pour animaux. De la matière première en grains (à gauche) aux granulés (à droite), en passant par le mélange de matières premières broyées

Il existe deux grandes stratégies de lignes de production d'aliments : les lignes en " pré-broyage " et les lignes en " pré-dosage ". Dans le premier cas, les matières premières sont broyées séparément puis sont dosées pour constituer la formule. Au contraire, dans le cas d'une usine en pré-dosage, la recette est d'abord élaborée à partir des produits bruts puis le mélange (non homogène) obtenu est broyé dans son ensemble. La Figure 3 représente le diagramme d'une ligne de production en pré-dosage. Elle illustre les différentes transformations subies par le produit. Les matières premières sont stockées dès leur réception dans différents silos. Les recettes sont élaborées au poste de dosage, en fonction des produits disponibles. L'ensemble est ensuite moulu dans le broyeur avant d'être transféré dans le mélangeur où s'effectue l'incorporation des additifs (vitamines, oligo-éléments, agents de texture ou de goût, etc.) et éventuellement de matières grasses ou de mélasse³. Cette dernière étape peut également être opérée par la suite, dans un mélasseur.

³ Résidu sirupeux et épais, non cristallisable, issu du raffinage du sucre

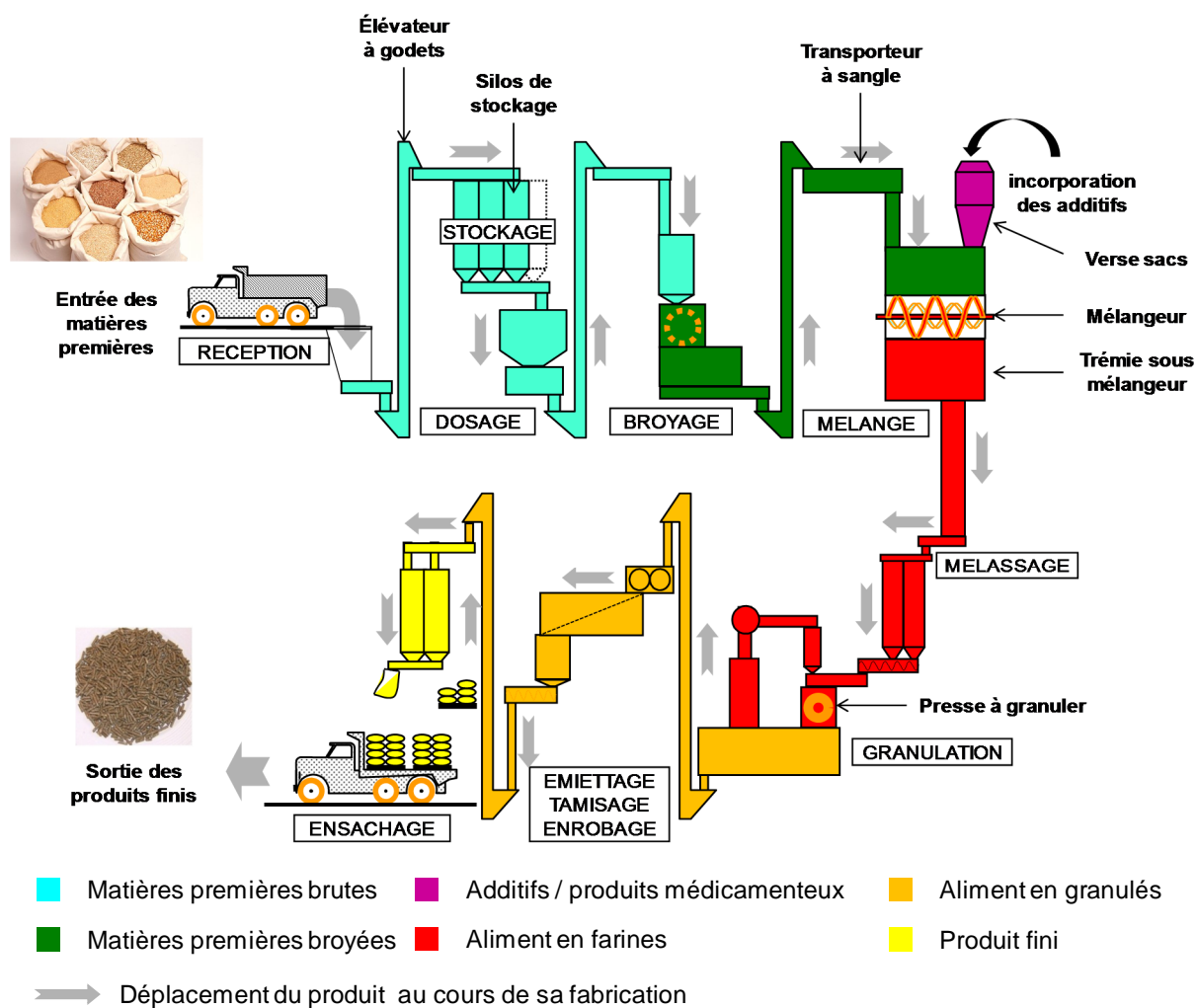


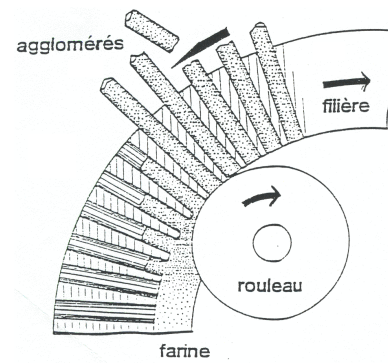
Figure 3 : Diagramme d'une usine de fabrication d'aliments pour animaux (en pré-dosage) - Les différentes formes des produits transférés

Le mélange élaboré est transporté jusqu'à la presse où il est transformé en granulés (Figure 4) avant d'être séchés et refroidis. Ils peuvent subir des opérations d'enrobage (de matières grasses) ou d'emmietage⁴ avant d'être ensachés puis expédiés aux éleveurs.

⁴ Fractionnement des granulés en « miettes », destinées à des animaux jeunes (en croissance)



(a)



(b)

Figure 4 : Photographie et schéma d'une presse à granuler industrielle

Pour des raisons économiques (essentiellement de coûts énergétiques des transferts) et pour limiter la surface des usines, les lignes de fabrication sont construites verticalement, de façon à utiliser au maximum l'action de la gravité pour le transfert des produits. Aussi, les transporteurs verticaux peuvent être très nombreux (une dizaine par ligne) et relativement hauts (30 à 50 m). Les produits sont, dans la grande majorité des cas, convoyés par des transporteurs mécaniques mais, quelques usines (construites ou rénovées au début des années 2000) utilisent aussi le transport pneumatique pour des transferts particuliers.

Enfin, les transporteurs horizontaux sont eux aussi très employés, pour alimenter les élévateurs à godets et les postes de traitement des produits et pour les en extraire. Le Tableau 2 récapitule les différents types de transporteurs de l'industrie d'aliments du bétail. Les appareils sont indiqués dans l'ordre de leur fréquence d'utilisation.

Transport vertical		Transport horizontal
Ascension	Descente	
1. Élévateur à godets 2. Transporteur pneumatique	1. Chute verticale	1. Transporteur à chaîne 2. Vis d'Archimède 3. Transporteur à sangle 4. Transporteur pneumatique

Tableau 2 : Différents appareils de manutention utilisés sur une ligne de production d'aliment du bétail (David, 1985)

L'utilisation de farines pour l'élaboration de l'aliment final est essentielle car cette forme est presque totalement dépourvue d'humidité. Elle est stable et conserve plusieurs mois les propriétés du produit jusqu'à son utilisation finale. De plus, la forme poudreuse de tous les ingrédients introduits conduit à une meilleure homogénéisation des composants du mélange.

Et, par conséquent, elle garantit que chacune des rations fournit la quantité prévue de chaque composant de la formule à l'animal.

La consommation de viande n'a cessé d'augmenter depuis les années 1970, en France et dans tous les pays occidentaux. Bien qu'elle connaisse une stagnation, voire une légère baisse ces dernières années, la demande des consommateurs s'accroît grandement. Afin de répondre aux demandes croissantes des éleveurs, les usines d'aliments doivent augmenter leur productivité. Ainsi, une même ligne de fabrication est utilisée pour la production d'aliments destinés à des espèces différentes, à divers stades de croissance.

D'autre part, la profession de l'alimentation animale est une industrie à faible valeur ajoutée, c'est-à-dire que la marge financière effective entre les matières premières et le produit fini est relativement faible. Le graphique circulaire ci-dessous (Figure 5) met en lumière la faible marge que dégage en moyenne une usine française de fabrication d'aliments du bétail.

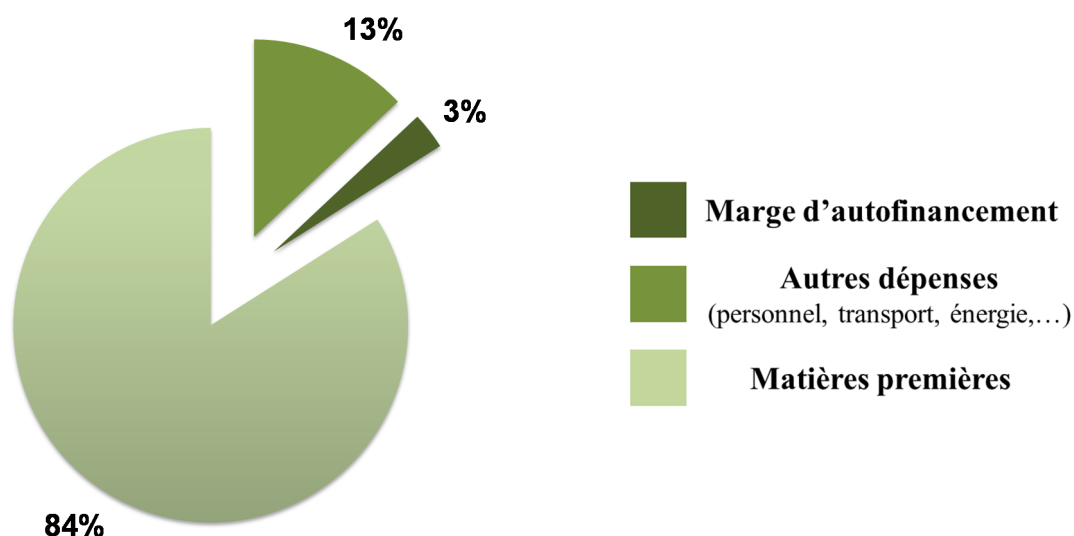


Figure 5 : Répartition moyenne des coûts pour une usine de fabrication d'aliments pour animaux (base de données Tecaliman 1999-2010)

Le nettoyage entre les lots de fabrication consiste, au mieux et rarement, au " rinçage " de la ligne par le passage d'un lot de céréales brutes, broyées ou non.

Par ailleurs, le matériel de manutention et les postes de traitement des produits présentent de nombreuses " zones mortes " qui peuvent être comblées au fur et à mesure du passage des lots par le produit transféré, formant ainsi des zones de dépôt difficilement

contrôlables. Les parois, souvent métalliques, peuvent présenter des aspérités et de la corrosion. C'est pourquoi elles sont fortement propices à l'adhésion des aérosols générés pendant le transport du produit, surtout lorsque celui-ci est sous forme pulvérulente (avant granulation). Il arrive donc, qu'une partie du produit déposé par un lot soit récupérée par le ou les lots suivants. Ce phénomène, appelé transfert inter-lots, peut être sans danger mais dès lors qu'un composant de l'aliment transféré se retrouve dans un lot destiné à des animaux non-cibles, pour lesquels il est nocif, cela peut avoir des conséquences, parfois graves, pour l'animal et/ou le consommateur. Ce dernier cas porte alors le nom de contamination-croisée et concerne essentiellement les additifs et les produits médicamenteux.

3.1.2. Les additifs et les produits médicamenteux

Ces produits sont couramment utilisés dans l'industrie de fabrication d'aliments pour animaux, à des taux d'incorporation relativement faibles (5 à 1000 ppm dans la ration finale). Cependant, il est très important de faire la distinction entre ces deux types de produits. Effectivement, leurs objectifs sur l'animal et la législation à laquelle ils sont soumis, sont différents.

3.1.2.1. Définition et intérêt en alimentation animale

Dans le secteur de l'alimentation animale, les produits médicamenteux sont incorporés aux aliments en raison de leurs propriétés thérapeutiques. De ce fait, ils sont nécessairement soumis à une prescription vétérinaire. Les conditions de préparation, de mise sur le marché, d'utilisation ainsi que les modalités de prescriptions de ces produits sont définies strictement par la législation vétérinaire.

En Europe, est reconnu sous le nom d'additif de la nutrition animale, toute substance dont le but est d'améliorer à la fois l'aliment dans lequel il est incorporé et la production de l'élevage auquel il est destiné (Journal of the European Communities, 1970). Certains additifs utilisés existent dans certains produits d'origine minérale ou végétale à l'état naturel mais ils peuvent également être obtenus par synthèse ou par fermentation. Leur utilisation permet aux éleveurs une production mieux contrôlée en fonction des conditions d'élevage auxquelles ils sont confrontés. Il peut alors présenter au consommateur un produit qui offre les garanties

nécessaires en termes d'innocuité (pour l'animal, l'homme et l'environnement), d'hygiène, de nutrition et de goût.

La législation prévoit au total 15 catégories d'additifs dans le secteur de l'alimentation animale. Ils peuvent avoir les mêmes fonctions mais chacun d'entre eux présente des caractéristiques physico-chimiques et des performances différentes sur les animaux cibles.

Le choix de l'incorporation d'un additif à un aliment pour animaux est gouverné par son état physique (granulé, poudre, liquide) qui impacte directement le processus d'incorporation, par ses caractéristiques, sa nature, sa fonction et l'espèce animale à laquelle il est destiné.

Les additifs aux aliments pour animaux peuvent être regroupés sous 4 grands thèmes qui se différencient par leurs actions, sur l'animal ou sur les produits d'origine animale (œufs, lait, produits carnés):

- les **additifs technologiques** qui agissent sur les propriétés physico-chimiques de l'aliment en améliorant leur conservation, leur texture, etc.,
- les **additifs sensoriels** qui rendent les aliments plus appétant pour l'animal en améliorant leur présentation et leur goût,
- les **additifs nutritionnels** qui servent à l'équilibre des rations des animaux en leur fournissant les nutriments essentiels, en quantité suffisante.
- les **additifs zootechniques** qui améliorent l'assimilation des aliments par l'animal ou contribuent à son confort digestif.

L'annexe 1 développe les différents types d'additifs autorisés dans la fabrication d'aliments pour animaux.

Les additifs et les produits médicamenteux peuvent être incorporés purs dans les aliments, ou par l'intermédiaire de prémixes⁵ (prémélanges), pouvant contenir plusieurs additifs. Leurs caractéristiques physiques peuvent varier considérablement d'un produit à l'autre. Globalement, leur granulométrie fluctue entre 7 µm (minéraux) et 900 µm (certains produits vétérinaires). De même, leur masse volumique apparente (p 81) peut varier entre 200 et 1400 g/L. Enfin, leur émissivité (p82) recouvre un très large spectre, compris entre 2 et 100 mg/50g.

Les concentrations de ces produits dans le mélange final dépend à la fois du type d'additifs et de son mode d'incorporation. Les antibiotiques et les produits vétérinaires sont, dans la plupart des cas, incorporés par le biais d'un prémix. Les concentrations sont de l'ordre de 100 mg/g dans le pré-mélange soit environ 50 ppm⁶ dans un lot de 5 tonnes d'aliment. Les autres additifs sont souvent ajoutés purs au mélange à des concentrations comprises entre 200 et 1000 ppm.

3.1.2.2. Législation

L'intérêt de la législation française concernant l'alimentation animale trouve son origine dans la loi du 1^{er} Aout 1905 sur la répression des fraudes qui fut intégrée dans le Code de la Consommation. La première réglementation française spécifique à l'utilisation d'additifs dans les aliments destinés aux animaux date de 1954 avec la création d'une commission interministérielle qui sera transformée par l'arrêté du 22 février 1960 en Commission Interministérielle et Interprofessionnelle de l'Alimentation Animale (CIIAA). Celle-ci a pour rôle de donner un avis sur les questions techniques et scientifiques relevant du secteur de l'alimentation animale.

⁵ Mélange uniforme d'un ou plusieurs micro-ingrédients (additifs ou médicamenteux) avec un produit dilueur, incorporé en faible quantité dans la formule de l'aliment. L'utilisation de pré-mélange permet d'améliorer la dispersion des micro-ingrédients dans l'aliment final.

⁶ Partie par million (grammes par tonnes)

Aujourd'hui, l'utilisation d'additifs et de produits médicamenteux dans le secteur de la nutrition animale est réglementée à trois niveaux :

- au **niveau international** par un code d'usages pour une bonne alimentation animale (2004) réalisé par le groupe spécial intergouvernemental sur l'alimentation animale du codex alimentarius⁷,
- au **niveau européen** par des directives et des règlements,
- au **niveau national** (français) par des lois, des décrets et des arrêtés qui reprennent les dispositions européennes, en application du code de la consommation et du code rural.

Contrairement à l'alimentation humaine, les additifs pour la fabrication d'aliments pour animaux sont contrôlés par une liste positive. C'est-à-dire que, seuls les produits inscrits dans celle-ci, peuvent entrer dans la composition d'aliments destinés aux animaux. Chaque additif fait ainsi l'objet d'une procédure d'autorisation et doit apporter des données scientifiques précises sur sa sécurité pour l'animal, pour les différents utilisateurs du produit concerné (fabricants de prémélanges (prémixes), fabricants d'aliments, éleveur), pour le consommateur et l'environnement. De plus, il est testé sur sa qualité et son efficacité sur les performances de l'animal et/ou des produits dérivés. Ces risques sont évalués par des comités d'experts indépendants : l'Agence Française de Sécurité Sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (Anses) à l'échelle nationale et l'autorité européenne de sécurité des aliments (European Food Safety Authority - EFSA) au niveau européen.

La liste positive des additifs inclut de nombreux produits comme des minéraux, des vitamines, une grande partie des coccidiostatiques et des histomonostatiques⁸, des agents de cohésion, des enzymes, des probiotiques, des produits aromatiques, des colorants, etc. Depuis 1997, l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS) a recommandé la suppression progressive des produits antibiotiques utilisés en médication humaine. Depuis 2003, l'Union

⁷ Programme commun de l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) et de l'Organisation mondiale de la santé (O.M.S.) consistant en un recueil de normes, codes d'usages, directives et autres recommandations relatifs à la production et à la transformation agro-alimentaires.

⁸ Médicaments vétérinaires utilisés pour contrôler la coccidiose et les histomas chez les animaux, qui agissent en limitant la multiplication du parasite responsable de la maladie. Celle-ci se manifeste par des problèmes intestinaux et des troubles de croissance, pouvant aller jusqu'au décès de l'animal infecté.

Européenne a interdit l'utilisation de ces produits comme additifs en tant que facteur de croissance. Cette interdiction est totale depuis le 1er janvier 2006. Cependant, leur utilisation est toujours autorisée mais en faibles quantités et dans un but thérapeutique uniquement.

En conclusion, les additifs inscrits sur la liste positive et les produits médicamenteux vétérinaires, autorisés dans la fabrication d'aliments pour animaux sont très diversifiés par leurs moyens de fabrication et donc d'incorporation, par leurs caractéristiques physico-chimiques et par leurs objectifs pour l'animal cible directement ou pour les produits dérivés. Lorsqu'ils sont sous forme de poudre ou de petits granulés, ils sont incorporés à la matrice de matières premières broyées au niveau du mélangeur qui assure une répartition homogène. L'additif s'inclut alors aux particules fines de l'aliment, fraction qui est la plus fortement soumise aux problématiques de mise en suspension et d'adhésion aux parois et par extension au phénomène de " contamination croisée ".

3.2. La contamination croisée

La contamination croisée est un phénomène largement reconnu dans l'alimentation animale qui est entré au sein des préoccupations médiatiques, en particulier avec les crises alimentaires de la fin du siècle dernier. Ainsi, en 1999, le comité Dormont⁹ considérait comme hautement vraisemblables les hypothèses d'une mise en œuvre insuffisante des mesures d'interdiction des farines d'origine carnée (viande et os) dans l'alimentation des bovins et d'une contamination croisée avec d'autres sources alimentaires destinées aux autres espèces (porcs, volailles) où ces farines sont restées autorisées jusqu'en 1996 (DGAL¹⁰, 1999). Paradoxalement, cette contamination croisée, qui a alors donné lieu à une problématique très médiatique, n'est pas celle qui apparaissait comme la plus critique au sein de la profession dans les décennies précédentes. En effet, jusqu'à l'apparition de l'ESB, il était culturellement difficile d'imaginer l'existence d'un risque sanitaire consécutif à la transmission d'une matière première d'un aliment vers un autre. Aucune étude n'était alors

⁹ Comité d'experts présidé par le professeur Dominique Dormont, chef du service de la santé des Armées et placé sous la tutelle des ministères de la Santé et de la Recherche en 1996 pour déterminer les risques pour l'homme liés à l'ESB

¹⁰ DGAL : Direction Générale de l'Alimentation

disponible pour apprécier le niveau de ces transferts dans les circuits d'une usine d'aliment du bétail. Face à ce manque de données, à l'ampleur du risque, et aux décisions législatives, de nombreuses sociétés ont alors fait le choix radical (par une obligation réglementaire) de l'interdiction des farines animales sur les sites de production d'aliments bovins.

Les contaminations croisées les plus étudiées depuis sont celles concernant les additifs incorporés à faibles doses et dont la problématique sera donc essentiellement développée dans cette synthèse bibliographique.

Beumer (1994) démontre expérimentalement la présence de ce phénomène par une mesure des taux d'additifs dans les prémixes et les lots d'aliments en sortie de lignes de fabrication, aux Pays-Bas, de 1987 à 1989. Il souligne les écarts qui existent entre les concentrations attendues dans les formules et les taux effectivement mesurés. Il observe des différences de 5 à 10 % pour la fabrication de prémélanges et de 15 à 20 % pour les aliments. Selon lui, le phénomène de contaminations croisées est à l'origine de ces écarts.

Une autre étude (Lynas et al., 1998), menée sur une année en Irlande du Nord, a révélé la présence de produits médicamenteux dans 71 lots sur 161 (44,1%) déclarés par les fabricants comme aliments non médicamenteux. Parmi ces lots contaminés, 42 (26,1%) en contenaient une quantité quantifiable. De plus, une seconde partie de cette étude, réalisée sur 247 lots d'aliments médicamenteux, a mis en évidence que 87 d'entre eux (35,2%) contenaient des antibiotiques non désirés, en quantités suffisantes pour être mesurées dans 23,9% des cas.

En conclusion, les transferts de matières premières d'un lot d'aliments vers le ou les lots suivants sont une réelle problématique dans cette profession. Elle devient d'autant plus grave lorsqu'elle concerne la contamination croisée (transfert d'additifs ou de produits médicamenteux). Cependant, en l'état actuel des connaissances et des techniques de fabrication, il convient d'accepter qu'une production d'aliments sans transfert de matières premières entre les lots est impossible (Beumer, 1994 et Heidenreich, 1998). Il ne peut donc être question que d'en limiter l'apparition et les effets.

Néanmoins, la diminution des contaminations croisées dues aux additifs fait partie des quatre principales demandes des acheteurs d'aliments pour animaux après les faibles coûts d'aliments, la limitation des excréments par les animaux, l'efficacité nutritionnelle (diminution de la mortalité) (Heinemans, 1994).

3.2.1. Évolution de la définition en alimentation animale

La définition du terme de " contamination croisée " s'est précisée avec les divers travaux sur le sujet. Selon Don Johnson (1958) un aliment contaminé est un aliment qui a été mélangé avec une matière étrangère, de texture ou de nature différente. De même, pour McElhiney et Olentine (1982), la contamination se réfère à la présence de substances non formulées et non désirées dans un aliment comme, par exemple, des pesticides, des résidus de médicaments, des mycotoxines ou des produits chimiques. Beumer (1986) précise que les contaminations se rencontrent aussi bien pour des macro-ingrédients (céréales broyées) que des micro-ingrédients (additifs ou produits médicamenteux incorporés en poudre), mais ce n'est que dans le cas de ces derniers que la qualité alimentaire est détériorée. Même si ces auteurs s'accordent globalement sur la définition de la contamination croisée comme le transfert d'un produit contaminant " d'un lieu acceptable à un lieu inacceptable ", ils n'en identifient pas les causes. Mentink (1993), en référence au code GMP néerlandais (Good Manufacturing Practices)¹¹, qualifie de contaminant tout additif ou produit médicamenteux, utilisé dans l'aliment destiné aux animaux, qui reste en partie dans le processus de production et qui atterrit dans une charge suivante d'aliment à laquelle il n'était pas destiné, de la préparation d'aliments composés aux mangeoires.

Cette définition est élargie par Heeres et Vahl (1992) qui propose deux types de contaminations croisées : les contaminations " vers l'arrière " et " vers l'avant ".

Dans la contamination " vers l'avant " (Figure 6a) la charge précédente est contaminée par la charge suivante. Ce type de contamination est beaucoup plus rare et est souvent la conséquence d'une fuite (accidentelle) dans le circuit de fabrication (par exemple du mélangeur vers la trémie sous mélangeur). Ces transferts inter-lots sont difficilement étudiables et leur intérêt est limité puisqu'il résulte bien souvent d'un dysfonctionnement accidentel d'un ou plusieurs appareils de manutention.

Dans le cas de la contamination " vers l'arrière " (Figure 6b), une partie du produit, et en particulier certains micro-ingrédients, reste dans les équipements de manutention après

¹¹ Guide des bonnes pratiques de production

passage d'un lot et est récupérée lors du passage du ou des lots suivants. Ce phénomène est donc maîtrisable dans une certaine mesure. **Cette étude a pour objectif de traiter ce mode de transfert inter lot.**



Figure 6 : Schéma des processus de contaminations croisées vers l'avant (a) et vers l'arrière (b)

Beumer (1994) pense que la contamination vers l'arrière dans le lot suivant immédiatement est traditionnellement la plus importante, mais qu'il ne faut pas l'exclure pour les lots suivants. Ammann (2000) a introduit deux autres notions complémentaires : celles de la contamination par " introduction " de produits non souhaités dans une formule et celle de la contamination par " manque " générée par la perte de produits dans un aliment et leurs transferts vers d'autres. La mise à jour de 2007 du guide des bonnes pratiques français définit la contamination croisée comme la " présence fortuite dans un lot d'une fraction résiduelle d'un autre lot (produit avant ou après le lot contaminé) " et considère donc les 2 modes de contamination (GBP, 2008). Ce guide évoque 3 causes principales de transfert entre lots :

- pendant le **transfert et le stockage** des produits,
- par **retour de particules fines** dans la ligne de production (décolmatage des filtres). Des systèmes d'aspiration des aérosols sont souvent installés sur les appareils de manutention. Les particules fines ainsi récupérées (souvent très concentrées en additifs) sont réinsérées dans le circuit de fabrication,
- par **persistance d'une fraction résiduelle** de produit dans les installations (adhésion des particules fines sur les parois, dépôts de produit dans les zones mortes ou mise en suspension d'aérosols pendant la manutention).

Il est aussi précisé que ces phénomènes peuvent survenir à toutes les étapes de la fabrication d'un aliment, depuis la réception des matières premières jusqu'au chargement et la livraison jusqu'à l'éleveur.

3.2.2. Risques liés aux contaminations croisées.

Le risque principal de la contamination croisée est l'ingestion par un animal non cible d'un produit qui ne lui était pas destiné. Ce phénomène peut avoir des conséquences sanitaires sur l'animal et/ou sur l'homme par le biais de sa consommation de produits d'origine animale (viande, œufs, lait).

3.2.2.1. Risques pour les animaux non cibles

Les produits médicamenteux utilisés dans la fabrication des aliments pour animaux répondent aux besoins spécifiques d'un traitement vétérinaire à objectif thérapeutique, d'un lot d'animaux donné, à un stade de croissance précis. Lorsqu'ils se retrouvent dans un aliment destiné à des animaux non cibles, c'est-à-dire des animaux auxquels le produit n'est pas destiné, ils peuvent avoir des conséquences néfastes sur la santé et/ou les performances de ces derniers, et dans le plus grave des cas provoquer le décès des bêtes. Plusieurs auteurs donnent des exemples de produits utilisés comme additifs en alimentation animale qui provoquent des dommages graves sur certains animaux non cibles. (Don Johnson, 1958 ; Brochard et Riou, 1989 ; Ravaud, 1991 ; Kitchen, 1991 ; Van Zuilichen, 1993 ; Amman, 1996 et Sanderson, 1997)

3.2.2.2. Risques pour l'alimentation humaine

L'une des conséquences majeures de la contamination croisée en alimentation animale est la présence de résidus dans la viande ou les autres produits d'origine animale comme les œufs ou lait qui sont consommés par l'homme. Ces résidus peuvent être des antibiotiques qui peuvent causer des allergies chez l'homme ou, pour certains, entraîner le développement d'organismes résistants (D'Mello, 2002).

La contamination d'un lot d'aliment peut être due à la dégradation du produit lui-même ou à l'apport d'un élément extérieur à la recette de fabrication par le phénomène de transfert inter-lots. Johnson et Parkes (2001) affirment que ce deuxième mode de contamination des aliments est la principale cause de la présence de résidus médicamenteux dans les cheptels d'animaux. De plus, King et Cutler (2007) soulignent que même si les taux relevés de contaminations croisées entre lots sont souvent très inférieurs à la réglementation, ils peuvent être suffisants pour que les quantités soient non-conformes dans les produits carnés, d'autant plus si le lot contaminé a été ingéré par l'animal juste avant son abattage.

Plusieurs études ont mis en lumière l'impact de la présence d'additifs ou de produits médicamenteux non désirés dans l'alimentation d'animaux non cibles sur les produits dérivés destinés à l'alimentation humaine et par extension, sur la santé du consommateur (Kan, 2007). Cependant, King et Cutler (2007) précisent que malgré la probabilité élevée de transfert de produits médicamenteux entre lots de fabrication sur une même ligne de production, les chances d'en retrouver dans les produits destinés à l'alimentation humaine sont relativement faibles. En effet, les expérimentations décrites dans la littérature (Dorne et al., 2011), ont été réalisées en donnant aux animaux concernés des aliments volontairement contaminés, à une concentration connue, après leur fabrication en usine. Les taux de contamination des produits dérivés (produits carnés, lait, œufs) ont ensuite été mesurés par diverses méthodes et à plusieurs échéances, pendant et après la prise de l'aliment. De fait, ces études ne prennent absolument pas en compte la probabilité qu'un aliment soit contaminé lors de sa fabrication.

En réalité, il est important de souligner qu'une même usine fabrique des lots d'aliments destinés à un parc d'une centaine d'éleveurs différents. De plus, par exemple, un cheptel de 1000 porcs consomme environ 2 tonnes d'aliments par jour et la taille moyenne des lots d'aliments est de 3.3 tonnes. Par conséquent, la potentielle contamination d'un lot sera ponctuelle et répartie sur l'ensemble du parc des éleveurs clients de l'usine de fabrication. La contamination des produits carnés a donc plus de chance d'être causée par une inversion entre aliments (par exemple entre les porcs destinés à l'abattage - qui nécessitent un aliment non médicamenteux - et les porcelets - dont l'alimentation est riche en antibiotiques) (Mc Evoy,

2002). Ainsi, le règlement 124/2009¹² de la Commission Européenne reconnaît après études " qu'il est peu probable que la présence de coccidiostatiques ou d'histomonostatiques autorisés comme additifs pour l'alimentation animale dans des aliments pour animaux non-cibles, à des niveaux résultant d'un transfert inévitable et à condition que toutes les mesures de prévention soient prises, ait des effets néfastes sur la santé animale ". Enfin, il précise que le risque dû à l'ingestion de résidus contenus dans des aliments ayant subi une contamination croisée est négligeable pour la santé des consommateurs.

3.2.2.3. Aspects économiques de la production d'aliments pour animaux

Avant de chercher des moyens pour limiter le phénomène de transfert inter-lots et d'en comprendre les causes industrielles, il est légitime de se demander s'il ne serait pas possible de le supprimer totalement. Cette problématique soulève deux grandes questions inévitables dont les réponses sont essentiellement d'ordre économique.

→ L'incorporation d'additifs et/ou de produits médicamenteux dans les aliments pour animaux est-elle indispensable ?

La suppression des additifs et des produits médicamenteux en alimentation animale serait évidemment une solution radicale pour effacer le phénomène de contamination croisée issue de ces produits. Cependant, depuis les années 50, les éleveurs ont été amenés à intensifier fortement leur production pour répondre à la demande toujours croissante du consommateur en termes de quantité, de qualité et à des prix toujours plus bas. L'incorporation d'additifs et/ou de produits vétérinaires dans l'alimentation des bêtes est donc

¹² Règlement du 10 février 2009 établissant des valeurs maximales pour la présence dans les denrées alimentaires de coccidiostatiques ou d'histomonostatiques résultant du transfert inévitable de ces substances vers des aliments pour animaux non cibles

devenue indispensable pour optimiser les élevages. Cette méthode d'administration est, en outre, beaucoup plus sûre que leur application directe en élevage (Beumer, 1994).

➔ **N'est-il pas possible d'utiliser des lignes de fabrication spécialisées qui ne seraient utilisées que pour la production d'aliments destinés à un seul type d'animal ?**

Une usine de production **idéale** posséderait une ligne de fabrication par formule d'aliment, par animal, à chaque stade de croissance. Ce cas est bien entendu **utopique** et **irréalisable** :

- Tout d'abord, les usines de fabrication d'aliments pour animaux sont très souvent installées en zones rurales, au plus près des éleveurs qu'elles fournissent. Pour cette raison, une telle spécialisation des lignes de production engendrerait inévitablement des coûts supplémentaires de gestion et de transports, pour l'usine et pour les éleveurs.
- Ensuite, pour une même espèce, à un même stade de croissance la formule de l'aliment évolue en fonction du coût, de la disponibilité des matières premières et des besoins des animaux.
- D'autre part, les usines fournissent généralement un groupement d'éleveurs qu'elles suivent au cours de la croissance de leurs cheptels. Dès lors, une ligne de fabrication dédiée à la fabrication d'une formule unique serait amenée à cesser de produire en raison d'une pénurie de la demande des éleveurs. Un tel scénario ne serait évidemment pas viable en termes de rentabilité. De fait, il est impossible pour une usine de fabriquer des formules identiques et une diversification des productions est alors indispensable.
- Enfin, la législation impose aujourd'hui des seuils pour les contaminations croisées. Cependant, la problématique des transferts inter-lots est amenée à évoluer, pouvant alors concerner d'autres produits : micro ou macro-ingrédients (OGM par exemple). En effet, Harner et al. (1996) affirment que le risque de contamination croisée s'accroît avec le nombre d'espèces différentes auxquelles sont destinés les aliments fabriqués par une même usine. Par conséquent, même une usine qui serait idéale du point de vue des contaminations croisées ne pourrait pas l'être pour une autre problématique.

En définitive, compte tenu de la demande actuelle du consommateur en termes de qualité, de quantité et de prix, ajoutée aux besoins des éleveurs pour y répondre, il est difficilement envisageable pour les fabricants d'aliments du bétail de ne pas utiliser d'additifs et de spécialiser leurs lignes de production.

3.2.2.4. Législation

Puisqu'il est impossible pour les fabricants d'aliments d'intervenir directement sur l'origine du phénomène, il est intéressant de s'interroger sur la tolérance acceptable des transferts inter-lots. Tout d'abord, il faut prendre conscience que la quantité mesurable transférée d'un lot d'aliments à un autre est nécessairement conditionnée par la sensibilité des méthodes d'analyses à détecter la substance concernée (Heberer et al. 2007). Il n'existe aujourd'hui aucune analyse suffisamment précise pour garantir une détection parfaite des additifs et de tous les produits médicamenteux en alimentation animale. Par conséquent, il est impossible pour la profession d'assurer un niveau de contamination croisée nul. En effet, il est reconnu qu'en l'état actuel des techniques de fabrication, aucune production d'aliment n'est possible sans contaminations croisées (Beumer 1994 et Heidenreich 1998). De fait, les réglementations et les recherches mises en œuvre ont pour but d'en limiter les effets.

Les législations française, européenne et internationale exigent une maîtrise du phénomène bien qu'elles reconnaissent que son élimination ne peut être totale (règlement 1831/2003 concernant les exigences en matière d'hygiène des aliments pour animaux). L'arrêté français du 28 février 2000 en application de la directive européenne 95/69, relatif à l'enregistrement de certains établissements et intermédiaires dans le secteur de l'alimentation animale oblige chaque fabricant d'aliments à maîtriser les contaminations croisées et d'en évaluer les risques. De plus, la directive européenne 2002/37/CE du 10 février 2002 définit les valeurs maximales des " traces techniquement inévitables " dans le cas des coccidiostatiques et histomonostatiques utilisés comme additifs dans les aliments pour animaux (Tableau 3). Un taux de transfert de 3 % de la teneur maximale autorisée est retenu pour les aliments destinés aux animaux les moins sensibles et un taux de transfert de 1% pour les aliments destinés aux animaux non cibles sensibles, " producteurs d'aliments en continu " tels que les vaches laitières ou les poules pondeuses et pour les aliments dits " de retraits ", c'est-à-dire destinés aux animaux proches de l'abattage. De même, un taux de transfert de 1% est également retenu

pour la contamination croisée d'aliments destinés à des animaux cibles auxquels ces produits ne sont pas ajoutés dans la recette.

Substances indésirables	Produits destinés aux aliments pour animaux	Teneur maximales (ppm) dans l'aliment
Lasalocide sodium	Matières premières des aliments des animaux	1,25
	Aliments composés pour :	
	• chiens, veaux, lapins, équidés, animaux laitiers, oiseaux pondeurs, dindes (>12 semaines) et poulettes destinées à la ponte (>16 semaines)	1,25
	• poulets d'engraissement, poulettes destinées à la ponte (<16 semaines) et dindes (<12 semaines) pendant la période précédant l'abattage durant laquelle l'utilisation de lasalocide sodium est interdite (aliments de retrait).	1,25
Narasine	• autres espèces animales.	
	Matières premières des aliments des animaux	0,7
	Aliments composés pour :	
	• dindes, lapins, équidés, oiseaux pondeurs et poulettes destinées à la ponte (>16 semaines)	0,7
Salinomycine sodium	• poulets d'engraissement pendant la période d'abattage durant laquelle l'utilisation de narasine est interdite (aliments de retrait).	0,7
	• autres espèces animales.	2,1
	Matières premières des aliments des animaux	0,7
	Aliments composés pour :	
Salinomycine sodium	• équidés, dindes, oiseaux pondeurs et poulettes destinés à la ponte (>12 semaines).	0,7
	• poulets d'engraissement, poulettes destinées à la ponte (<12 semaines) et lapins d'engraissement pendant la période précédant l'abattage durant laquelle l'utilisation de salinomycine sodium est interdite (aliments de retrait)	0,7
	• autres espèces animales.	2,1

Tableau 3 : Exemples de teneurs maximales en additifs dans les aliments destinés à des animaux non cibles (extrait de l'annexe de la directive 08/2009 de la Commission Européenne)

En ce qui concerne les taux acceptables de coccidiostatiques et d'histomonostatiques dans les produits d'origine animale, le règlement 124/2009 de la Commission Européenne propose des tolérances maximales dans ces denrées alimentaires destinées à l'alimentation humaine (Tableau 4).

Enfin, dans le cas des produits médicamenteux, l'arrêté français du 12 février 2007, relatif aux bonnes pratiques de la fabrication d'aliments médicamenteux impose un taux de contamination croisée inférieur à 5% sous peine de cessation immédiate de la production de l'usine.

Substances	Denrées alimentaires	Teneur maximale (ppm)
Lasalocide sodium	Denrées alimentaires d'origine animale provenant d'espèces autres que la volaille :	
	• lait	1
	• foie et rognons	50
	• autres denrées alimentaires	5
Narasine	Denrées alimentaires d'origine animale provenant d'espèces autres que les poulets d'engraissement :	
	• œufs	2
	• lait	1
	• foie et rognons	50
	• autres espèces alimentaires	5
Salinomycine sodium	Denrées alimentaires d'origine animale provenant d'espèces autres que les poulets d'engraissement et les lapins d'engraissement :	
	• œufs	3
	• foie	5
	• autres denrées alimentaires	2

Tableau 4 : Exemples de teneurs maximales en additifs dans les produits d'origine animale (extrait de l'annexe du règlement 124/2009 de la Commission Européenne)

Cette réglementation ne précise pas de réels moyens pour limiter ces transferts mais elle reconnaît cependant que des efforts continus restent nécessaires afin d'éviter la présence de substances indésirables dans les aliments pour animaux.

Paradoxalement, la prise en compte de ces exigences associée à une connaissance croissante des besoins des animaux, en fonction de leur nature et de leur stade de croissance, conduisent souvent les industriels à l'augmentation de la variété des aliments fabriqués, à la

diversification des matières premières et à la réduction des tailles de lots. Pourtant, ces modifications contribuent bien souvent à l'augmentation du risque de transfert inter-lots (Wild 1999). Cette tendance s'explique essentiellement par la demande accrue du consommateur et, par conséquent, la nette augmentation de la productivité des usines de fabrication d'aliments.

3.2.3. Évaluation du niveau de contamination d'une ligne de production

Avec la médiatisation et la mise en place de la législation concernant le phénomène de contaminations croisées, la profession a dû rapidement mettre au point une méthode efficace afin, dans un premier temps, d'évaluer le niveau de transfert inter lots de ses lignes de production. Pour Heidenreich (1998c), il apparaît comme indispensable de réaliser des essais de mesure et de contrôle pour " répondre aux exigences relativement sévères du marché ", d'autant plus " lorsque l'ensemble des aliments et des prémélanges sont produits sur un même site ".

Ainsi, pour réaliser ces contrôles, Sanderson (1997) préconise la recherche des substances médicamenteuses dans des lots d'aliments fabriqués sur site industriels, choisis au hasard, et de réaliser des tests dans le but de quantifier les contaminations à des points spécifiques de la ligne de production. Il propose donc à la fois une mesure du taux de transfert inter-lots et un moyen d'identification des appareils de manutention potentiellement à risque.

Lors d'une évaluation du taux de contamination croisée d'une ligne de fabrication industrielle, seul le taux de transfert inter-lots " par l'arrière " (p 26) est mesuré. La contamination " par l'avant " est difficilement accessible et elle est souvent le résultat d'une défaillance du matériel de manutention (fuite par exemple).

Tous les essais industriels ayant pour objectif la détermination du taux de contamination vers l'arrière ont pour points communs :

- le **choix d'un traceur détectable** et suffisamment représentatif des additifs ou produits médicamenteux,
- la **production de plusieurs lots d'aliments** dans un ordre chronologique précis : tout d'abord une charge contaminante (lot traceur) contenant initialement le traceur puis une ou plusieurs charges qui " collecteront " le traceur potentiellement déposé par le premier lot (lots collecteurs). Tous les lots fabriqués suivent le même processus de fabrication et

sont produits successivement. Le lot traceur va déposer du traceur dans l'installation et celui-ci sera collecté au cours du passage du/des lots collecteurs,

- les prélèvements séquentiels d'échantillons au cours du passage de chaque lot (environ 30 par lot),
- le **traitement des échantillons** et la détermination, par dosage de la quantité de traceur qu'ils contiennent,
- **l'interprétation des résultats** : le niveau de contamination est le pourcentage de la concentration du premier lot collecteur par rapport à la concentration du dernier lot traceur.

3.2.3.1. Matériels

3.2.3.1.1. Choix du traceur

Deux types de traceurs peuvent être utilisés : les traceurs internes qui sont des additifs couramment utilisés pour la fabrication d'aliments pour animaux ou les traceurs externes qui ne sont pas des produits traditionnellement utilisés dans les aliments (mais qui ne sont pas nocifs pour les animaux, l'homme et l'environnement).

Les conclusions d'essais publiés n'indiquent pas toujours clairement le traceur utilisé pour les réaliser. Cependant, quelques-uns ont pu être référencés (Tableau 5).

Auteurs	Traceurs utilisés	État	Conc. dans le lot d'aliment (ppm)	Lieux d'incorporation	Lieux de prélèvements
Einsenberg (1976)	Amprolium* Tylosine ** Bacitracine ** Microtraceur bleu et rouge	x	50	mélangeur	x
McEllhiney et Olentine (1982)	Microtraceur métallique Produit vétérinaire (non spécifié)	prémixé	50 450		Sortie mélangeur
Wilcox (1985)	Sel de carbone Sel de métaux Particules de fer colorées	poudre pure	x	mélangeur	x
Kolher (1987)	Bleu de méthylène	poudre fine	x	x	x

Ammann (1987)	Bleu de méthylène	prémixé	10	verse-sacs	x
Nieman (1991)	Sel de cobalt	prémixé	2000	x	Dans ou après le mélangeur Sortie refroidisseur (après granulation)
Beumer (1994)	Cobalt	prémixé	2000	verse-sacs	Sortie mélangeur Sortie refroidisseur (après granulation)
Corrigan (1994)	Microtraceur bleu et rouge	prémixé de tiamutinin **	100, 30, 10	x	x
Strauch (2002)	Violet de méthyle	x	x	x	x

Tableau 5 : Bilan des traceurs utilisés lors d'essais industriels - * coccidiostatique, ** antibiotique

Neumann (2000) a publié une comparaison des différentes méthodes utilisées pour l'évaluation des contaminations croisées sur site industriel. Il soulève, entre autre, la problématique du taux de récupération des microtraceurs avec comptage, où peu de particules sont introduites : 80% sur les aliments broyés (matières premières broyées + additifs) et 65% sur les granulés. Il attribue ceci à la masse volumique particulière de ce traceur par rapport à la matrice des aliments testés. Il souligne aussi les difficultés dans l'utilisation d'un traceur colorant (violet de méthyle, bleu de méthylène, bleu patenté, etc.), notamment en ce qui concerne la représentativité des caractéristiques physiques des additifs et leur stabilité vis-à-vis des procédés de fabrication. Par exemple, le violet de méthyle est fortement dégradé par les traitements thermiques et le bleu patenté est fortement adsorbé par la matrice des aliments.

Enfin, les règles techniques mises en place par Tecaliman préconisent le choix d'un traceur selon les critères suivants :

- être **inscrit dans la liste positive**,
- être, si possible, **utilisé par l'usine** et choisi en rapport avec l'analyse des dangers
- être apporté par une **unique source**. Il doit donc être absent des matières premières (y compris les autres additifs),
- être **incorporé à un taux suffisant** pour que, compte tenu de son seuil de détection, il autorise la détection d'une contamination minimum de 0.5 %,

- être analysé par une **méthode exacte, répétable, sensible**, d'un faible seuil de quantification, simple et d'un coût raisonnable,
- être **absent de la formulation** des lots collecteurs,
- être **stable vis à vis du procédé** de fabrication entre le lieu de son incorporation et le lieu de prélèvement,
- être **incorporé directement** ou au moyen d'un pré-mélange.

Dans le cadre d'un programme avec la DGAL (Direction Générale de l'ALimentation), Tecaliman (2003) a établi le parallèle existant entre les traceurs externes et internes et le gain en termes de sécurité alimentaire apporté par l'usage d'un traceur externe.

Le guide des bonnes pratiques pour les fabricants européens d'aliments composés (2009) préconise l'utilisation de particules de fer colorées, enrobées de bleu brillant collé à la gomme arabique (microtraceur RF Blue Lake), comme traceur. Celui-ci est extrait magnétiquement des échantillons, la gomme est dissoute par un solvant (mélange de 45% d'eau distillée, 50 % d'éthanol pur (96%) dénaturé et de 5% soude) et la concentration en traceur est déterminée par mesure spectrophotométrique de la solution colorée. De plus, ce produit est comestible pour les animaux, par conséquent les aliments produits pour évaluer le taux de contamination peuvent être expédiés à l'éleveur (Einsenber, 2004).

3.2.3.1.2. Choix de l'aliment

Les auteurs des publications des résultats d'essais industriels fournissent peu d'indications sur les types d'aliments sur lesquels ils ont été réalisés. Cependant, Tecaliman (Putier, 2000 et 2001) a établi des règles dans le but de guider les professionnels du secteur à uniformiser leurs pratiques. Elles recommandent le choix d'un aliment représentatif de la production habituelle de l'usine concernée. Le tonnage des lots testés doit aussi correspondre aux pratiques courantes du site.

3.2.3.2. Méthode

Le guide des bonnes pratiques français définit le niveau de contamination comme l'expression de la contamination croisée sous forme d'un pourcentage et propose la méthode

mise en place par Tecaliman lors du programme européen Cross-conta (2000). La Figure 7 illustre cette méthode.

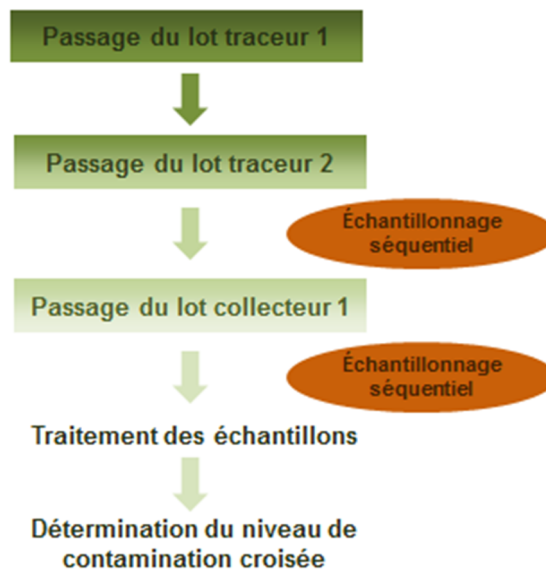


Figure 7 : Méthode d'évaluation du niveau de contamination d'une ligne de production d'aliments pour animaux

Lors du passage du premier lot traceur, celui-ci subit une dilution en masse qui diminue le taux de récupération du traceur (~ 80 %) après le mélangeur. Ceci est dû au phénomène de contamination croisée lui-même. En effet, lors de son passage le lot traceur récupère du produit déposé dans le circuit de fabrication par les charges précédentes et dépose de l'aliment contenant du traceur. La concentration du lot traceur en sortie de mélangeur peut être inférieure à la concentration espérée. Pour éviter ce double effet, un second lot traceur est fabriqué. Des échantillonnages séquentiels (au cours du passage des lots) sont effectués sur le second lot traceur et sur le lot collecteur, le long de la ligne de fabrication. Cette opération fournit une image de l'évolution de la concentration des lots pendant leur fabrication, du mélange jusqu'à la granulation. Enfin, il est possible de fabriquer plusieurs lots collecteurs dans le but de visualiser la persistance du traceur dans l'installation.

3.2.4. Moyens de maîtrise des contaminations croisées

Harner et al. (1996) proposent plusieurs actions correctives issues du Guide des Bonnes Pratiques américain (GMPs – Good Manufacturing Practices) pour lutter contre les sources de contaminations croisées (voir paragraphe précédent).

Les connaissances actuelles concernant les causes et les facteurs influençant les contaminations croisées sont relativement faibles et il existe peu de techniques concrètes pour réduire significativement les transferts inter-lots. Cependant, plusieurs auteurs ont proposé des moyens d'action, sur le produit ou sur les pratiques des industriels de la profession, qui limiteraient ce phénomène. Néanmoins, il existe très peu de données précises qui quantifient la réduction du niveau de contamination d'une ligne de production engendrée par ces modifications.

D'une manière générale, 3 techniques pour éviter le transfert inter-lots sont préconisées :

- L'**ordonnement** des lots, ou séquençement, en fonction des additifs qu'ils contiennent : tous les lots d'aliments contenant le même additif doivent être fabriqués à la suite, par concentration décroissante. De plus, cette séquence doit être suivie par la fabrication d'un lot non médicamenteux destiné au même animal.
- Le **rinçage** entre chaque séquence de lots à risques : cette pratique consiste à faire passer un produit dit neutre (souvent du grain broyé) sur la même ligne de fabrication. Le lot ainsi fabriqué doit être conservé à part pour être utilisé dans la fabrication d'un aliment contenant la même substance que la séquence qui précède l'opération de rinçage.
- Le **nettoyage** des équipements : cette pratique relativement peu utilisée dans les usines a pour but de supprimer les dépôts qui n'ont pas pu être évacués par les 2 méthodes précédentes. Par exemple, il est fortement conseillé d'effectuer une opération de nettoyage du mélangeur lors de l'utilisation de mélasse ou de matières grasses dans la formule.

Par ailleurs, le guide des bonnes pratiques industrielle stipule que chaque équipement de manutention doit être conçu, construit et installé de façon à faciliter les procédures de nettoyage et permettre une visualisation suffisante pour les vérifier.

En particulier, Martinez-Kawas (2008) a démontré expérimentalement le lien direct qui existe entre la mise en place d'une opération de rinçage et la diminution du niveau de contamination d'une ligne de fabrication avec deux additifs, la nicarbazine et le monensin. Ces résultats ont, d'autre part, prouvé l'influence de la taille du lot de rinçage utilisé.

3.2.5. Facteurs influençant les contaminations croisées

Plusieurs facteurs, d'origines différentes sont susceptibles d'agir sur la contamination croisée dans une usine de fabrication d'aliments composés. Mentink (1993) identifie quatre sources potentielles, liées au produit et aux procédés de fabrication :

- les **caractéristiques physiques des produits** qui forment la matrice de l'aliment et des additifs,
- l'**ordre de production** des lots d'aliment,
- les **appareils de manutention**,
- les **lieux et modes d'incorporation** des additifs dans le circuit de fabrication.

3.2.5.1. Facteurs liés aux produits

3.2.5.1.1. Distribution granulométrique des aliments

Plusieurs études expérimentales ont confirmé la forte tendance qu'ont les additifs à suivre les particules les plus fines d'un aliment et leur rôle dans le processus de contaminations croisées. Entre autres, Counotte et al. (1984) obtiennent après tamisage d'un lot traceur une " fraction de poussière " 1,6 fois plus concentrée que l'ensemble du produit. De même, Wornick (1985) affirme que les particules fines évacuées d'un aliment médicamenteux lors de sa manutention sont 28 fois plus concentrées que le lot. Jansen et Friedrich (1982) ont analysé la granulométrie des dépôts collectés en plusieurs points d'une ligne de fabrication après le passage d'un lot, et la quantité de cendres qu'ils contiennent. Les valeurs obtenues (Figure 8) ont mis en évidence que 30 à 70 % de ces dépôts sont des particules fines de diamètre inférieur à 250 μm contenant 9 à 12 % de cendres.

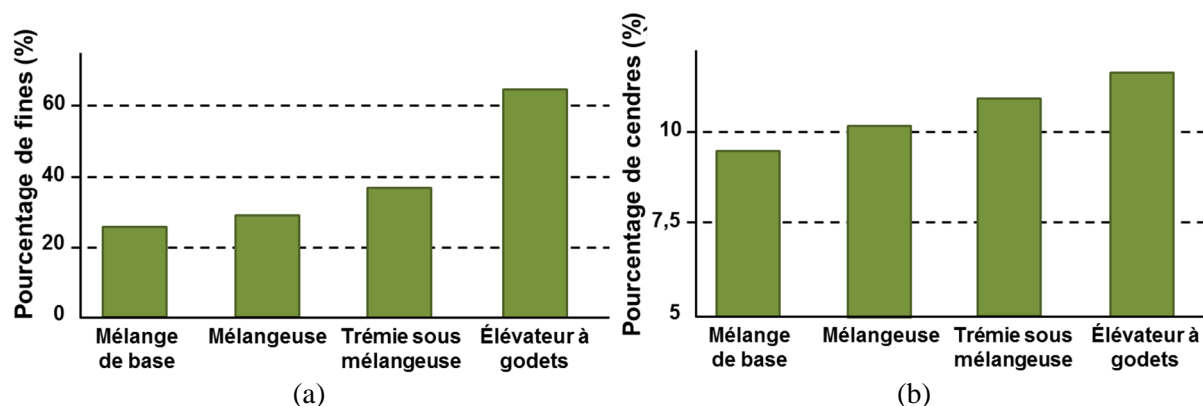


Figure 8 : Pourcentage de particules fines inférieures à 250 μm déposées (a) et quantité de cendres (b) dans différents appareils de manutention d'une même ligne de production (Jansen et Friedrich, 1982)

Ces graphiques montrent aussi clairement l'aspect "concentrateur de fines" de l'élévateur à godets. Les dépôts, dans ce dernier, sont effectivement composés à plus de 60 % de particules poussiéreuses.

Plus récemment, Strauch (2002) observe un niveau de contamination en sortie mélangeur de 0,4 % inférieur avec des additifs dont la proportion de particules fines est plus réduite. Enfin, Tecaliman (1999) a démontré l'existence d'une relation entre le niveau de contamination sur le premier lot collecteur et la concentration en poussière des additifs utilisés comme traceurs (Figure 9). Ces essais ont été réalisés sur une seule ligne de fabrication, avec quatre additifs différents incorporés à des taux identiques (20%) dans le même support de prémélange. Cependant, l'auteur précise que ce lien n'est vrai que pour le premier lot collecteur mais qu'il devient de plus en plus médiocre sur les lots collecteurs suivants.

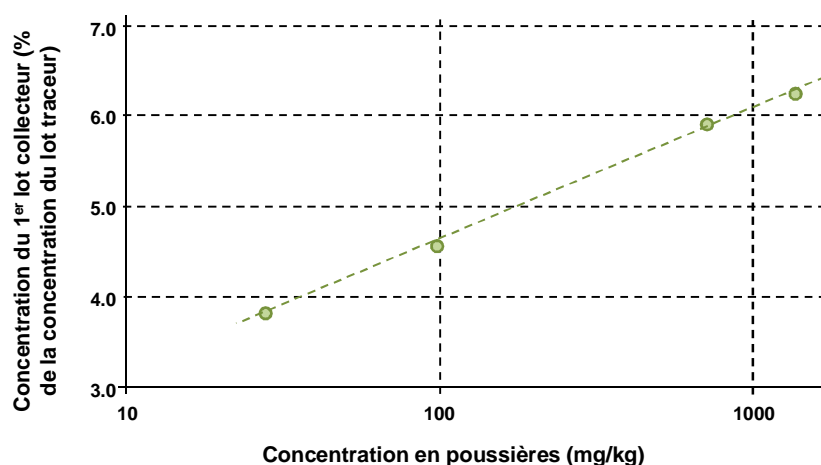


Figure 9 : Influence de la concentration en poussière de l'additif sur le pourcentage de contamination du premier lot collecteur (Tecaliman, 1999) – $R^2 = 99,9\%$

3.2.5.1.2. Électrostatisme

D'autres facteurs sont évoqués dans la littérature comme pouvant influencer le phénomène de transfert inter-lots, entre autres le comportement électrostatique des additifs et particulièrement ceux incorporés sous forme de poudre. Lowe (1998) conclut après son étude expérimentale sur les charges électrostatiques que la charge électrostatique conduit à un dé mélange des particules les plus fines, reconnu comme un facteur favorisant les transferts inter-lots. De même, Strauch (2002), expose ses résultats sur l'influence de l'incorporation de liquides sur les contaminations croisées et interprète leur diminution par la réduction d'une part de la quantité de particules fines et des forces d'adhésion électrostatiques d'autre part.

Cependant, une étude (Artana et al., 1999) a montré que sur 30 additifs de référence couramment utilisés dans la nutrition animale, seulement 2 (vitamines) présentent potentiellement des risques électrostatiques. De ce fait, aucun lien direct entre le comportement électrostatique des additifs de l'alimentation animale et leur propension à la contamination croisée ne peut être établi.

3.2.5.2. Facteurs liés aux pratiques

Plusieurs auteurs ont démontré par des essais sur différents sites industriels que le mode d'incorporation des additifs dans le mélange a une influence notable sur le niveau de contamination mesuré et ce, quels que soient l'aliment et l'additif mis en jeu. Beumer (1994) a mis en exergue qu'une incorporation des additifs directement dans le mélangeur est largement préférable à leur introduction avant l'opération de broyage. De même, Apelt et al. (1991) et Jansen et Korich (1998) ont comparé cette dernière situation avec une incorporation au niveau du pied de l'élévateur (par une trémie et une vis d'extraction). Les concentrations mesurées (Figure 10) montrent là aussi que l'introduction des additifs directement dans le mélangeur réduit et d'uniformise la contamination sur l'ensemble du premier lot collecteur.

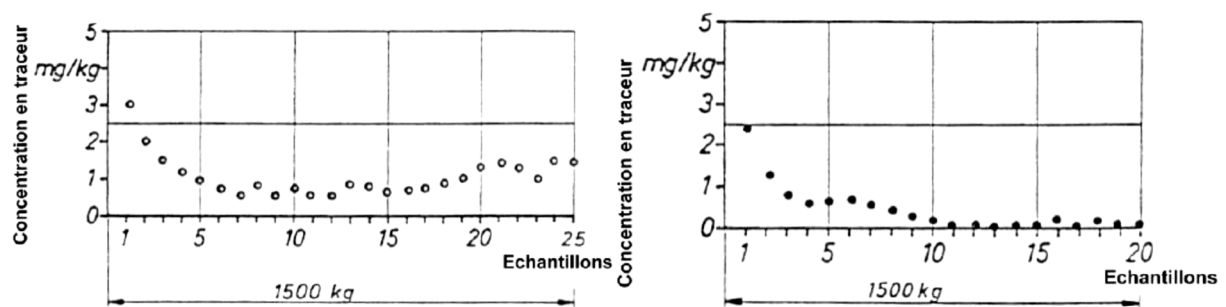


Figure 10 : Évolution de la contamination d'un lot collecteur après le passage de 2 lots traceur dans lesquels les additifs sont incorporés dans l'élévateur avant mélangeur (à gauche) et directement dans le mélangeur (à droite) – Apelt et al. (1991)

D'autres sources de contamination liées aux pratiques des usines sont évoquées dans la littérature. Par exemple, Sanderson (1997) et Heidenreich (1998) évoquent la difficulté dans la maîtrise des contaminations croisées lorsque le nombre de formules d'aliments fabriqués sur une même ligne de production augmente. Dans ce cas, Ammann (1996) préconise un respect précis des temps de vidange entre 2 lots successifs, afin de permettre le dépôt des aérosols générés pendant le transfert.

Enfin, des erreurs humaines peuvent être à l'origine de contaminations croisées. Il cite, par exemple, l'oubli ou l'ajout 2 fois d'un composant de la formule et l'incorporation d'un composant extérieur à la formule.

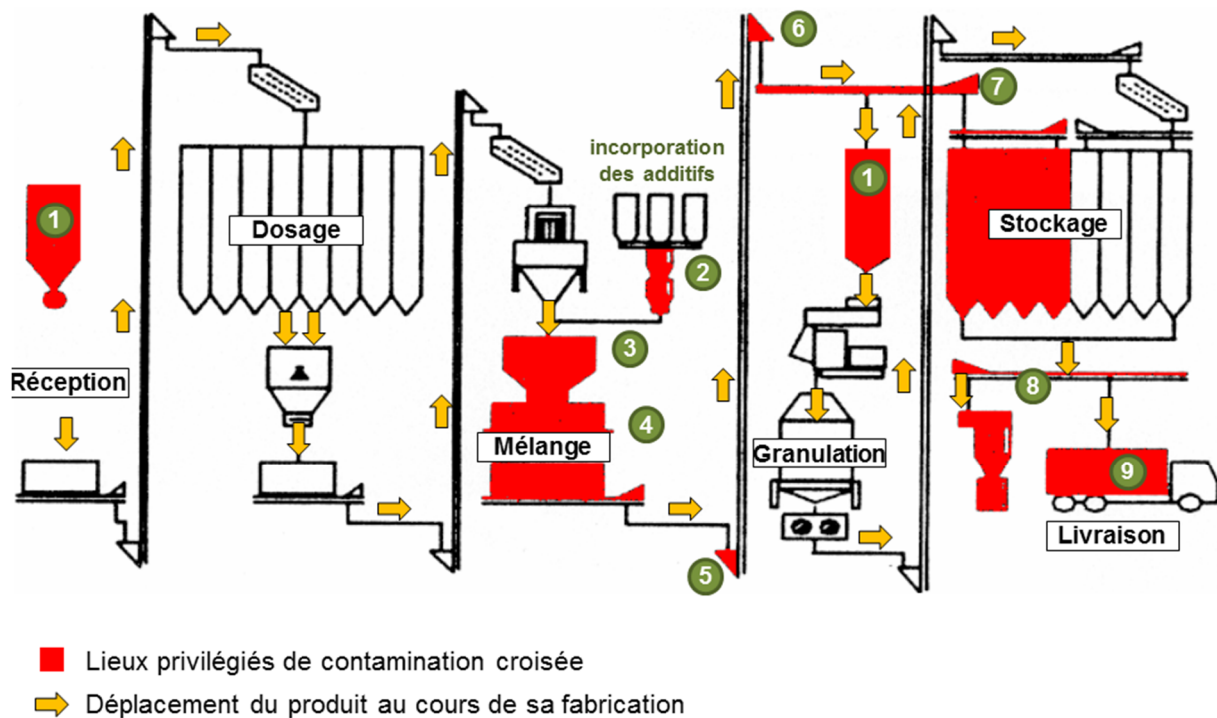
3.2.5.3. Facteurs liés aux procédés

Les principales sources de contamination identifiées dans la littérature sont les appareils de transport (vis, élévateurs), de stockage (trémies, boisseaux) ou de manutention (broyeurs, mélangeurs). Les systèmes d'aspiration des particules fines et le décolmatage des filtres pendant le fonctionnement sont aussi mis en cause (Heeres 1991, Jansen 1992). Harner et al. (1996) ont identifié les sources de contaminations croisées générées par les équipements de manutention (Tableau 6). Il distingue en particulier les dépôts et les reliquats dans les élévateurs à godets.

Équipement de manutention	Sources de contaminations croisées
Système d'aspiration des aérosols	<ul style="list-style-type: none"> • retour différé des aérosols collectés dans le circuit • captage excessif des additifs et autres substances • accrochage des particules (par électrostatisme ou dû à l'humidité)
Mélangeur	<ul style="list-style-type: none"> • résidus • accumulation de produits sur les pâles ou les parois • accrochage électrostatique • fuites au niveau des ouvertures
Trémies de chargement	<ul style="list-style-type: none"> • résidus dus à un nettoyage incomplet • accrochage des particules (par électrostatisme ou dû à l'humidité)
Transporteurs	<ul style="list-style-type: none"> • mêmes sources que pour les trémies de chargement
Élévateurs à godets	<ul style="list-style-type: none"> • résidus d'aliment dans le pied (partie basse) et les godets • accrochage des particules aux parois (par électrostatisme ou dû à l'humidité)
Trémies	<ul style="list-style-type: none"> • formation de ponts • résidus dus à un nettoyage incomplet
Camions de livraison	<ul style="list-style-type: none"> • erreur d'enregistrement dans les trémies de chargement • résidus dus à un nettoyage incomplet • formation de ponts (accrochage des particules par électrostatisme ou dû à l'humidité)

Tableau 6 : Sources de contaminations croisées dans les équipements de manutention (Harner et al., 1996)

De manière analogue, Wild (1999) propose un schéma d'une ligne de fabrication d'aliments pour animaux où il identifie les zones les plus sensibles aux problématiques de contaminations croisées et de ségrégation (Figure 11). Elles correspondent essentiellement aux appareils de transfert et de manutentions où l'aliment est sous forme pulvérulente. Là aussi, l'élévateur à godets et en particuliers le pied (5) et la tête (6), est mis en cause dans la problématique des transferts inter-lots.



- | | |
|---------------------------------------|---------------------------------------|
| 1. Aspiration centralisée | 6. Tête de l'élévateur post-mélangeur |
| 2. Trémie de dosage des additifs | 7. Transporteur à chaîne |
| 3. Trémie sur-mélangeur | 8. Presse à granuler |
| 4. Mélangeur | 9. Camions de livraison |
| 5. Pied de l'élévateur post-mélangeur | |

Figure 11 : Lieux de contaminations croisées dans une usine standard (Wild, 1999)

Des bilans d'essais sur sites industriels font ressortir l'impact du matériel de transfert, situé entre le mélangeur et la presse à granuler, sur le niveau de contamination d'une ligne de fabrication. Les dépôts de produit dans les " zones mortes " et d'aérosols sur les parois en sont la cause principale. Ainsi, Deyoe (1976) publie des résultats d'expérimentations en usines, utilisant 2 lots traceurs dans lesquels un produit médicamenteux (non nommé) a été incorporé et 2 lots collecteurs ne contenant pas ce produit. Des prélèvements séquentiels (le nombre d'échantillons et leur taille ne sont pas précisés) ont été effectués en sortie du mélangeur et en entrée de la presse à granuler. Entre les deux points de prélèvements, le produit sous forme de farine a été transféré par une première vis, **un élévateur à godets** puis une seconde vis. Les

concentrations relatives (Figure 12) révèlent une augmentation significative de la contamination apportée par ces appareils de manutention.

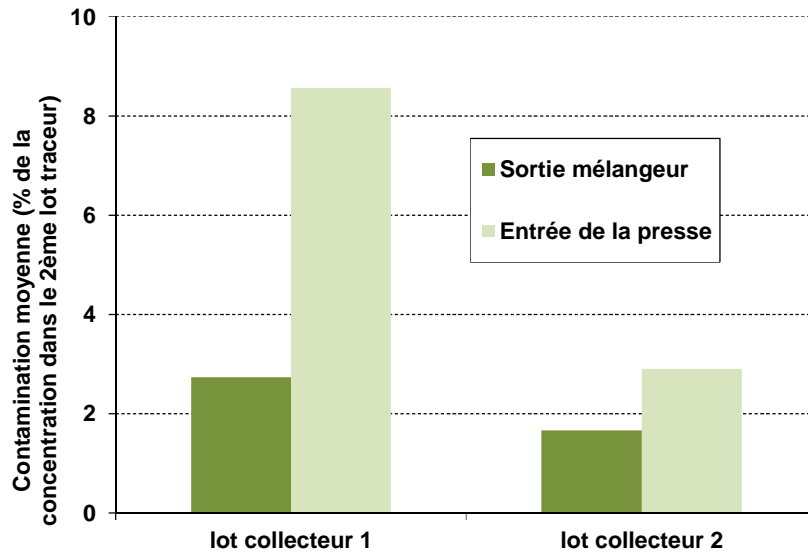


Figure 12 : Contamination de lots d'aliment dans une usine (Deyoe, 1976)

Crawley (1998) attribue ce phénomène aux dépôts de produit dans ces appareils de manutention (Figure 13). Il précise que les contaminations peuvent également se faire par des dépôts dans les vis (entre la vis et la gaine), les mauvaises vidanges des godets d'élévateur, et les dépôts dans le pied des élévateurs.

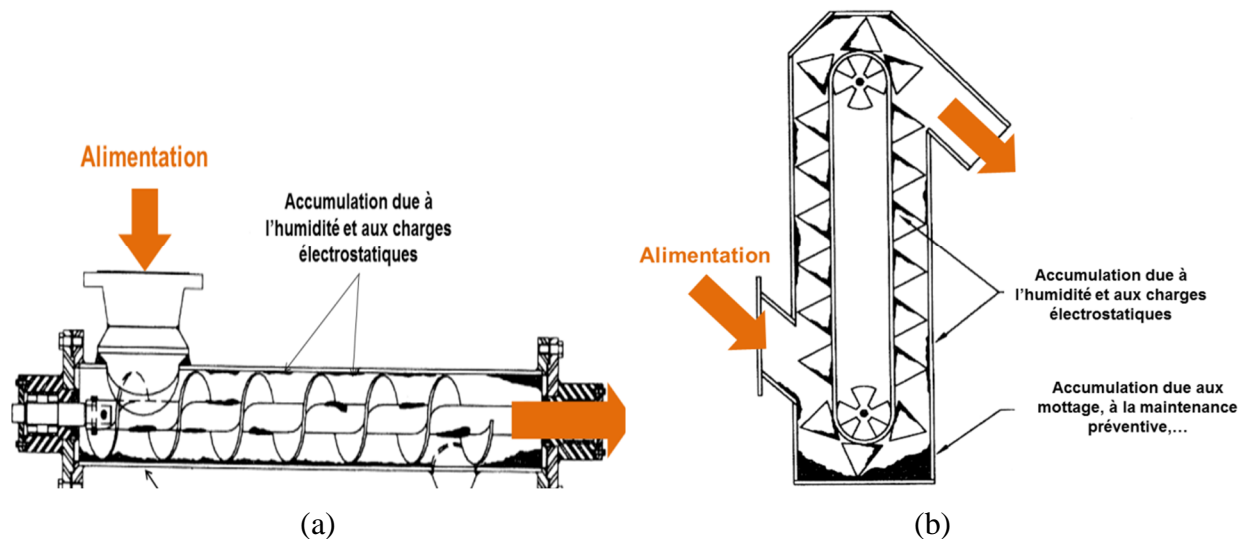


Figure 13 : Schéma des dépôts dans une vis d'Archimède (a) et dans un élévateur à godets (b) (d'après Crawley, 1998)

En analysant la granulométrie des dépôts collectés dans un mélangeur, dans le transporteur à chaînes de la trémie située sous le mélangeur et dans l'élévateur à godets, après le passage d'un lot, Jansen et Friedrich (1982) ont souligné l'importance de la finesse de ces dépôts (Figure 8). De même, Strauch (2002b) a réalisé une campagne d'essais sur une ligne expérimentale avec un " aliment dinde " et utilisant le clopidol (coccidiostatique) comme traceur en faisant varier la charge du lot collecteur. Les résultats (Figure 14) montrent clairement l'importante augmentation du niveau de contamination apporté par l'élévateur post-mélangeur (en rouge).

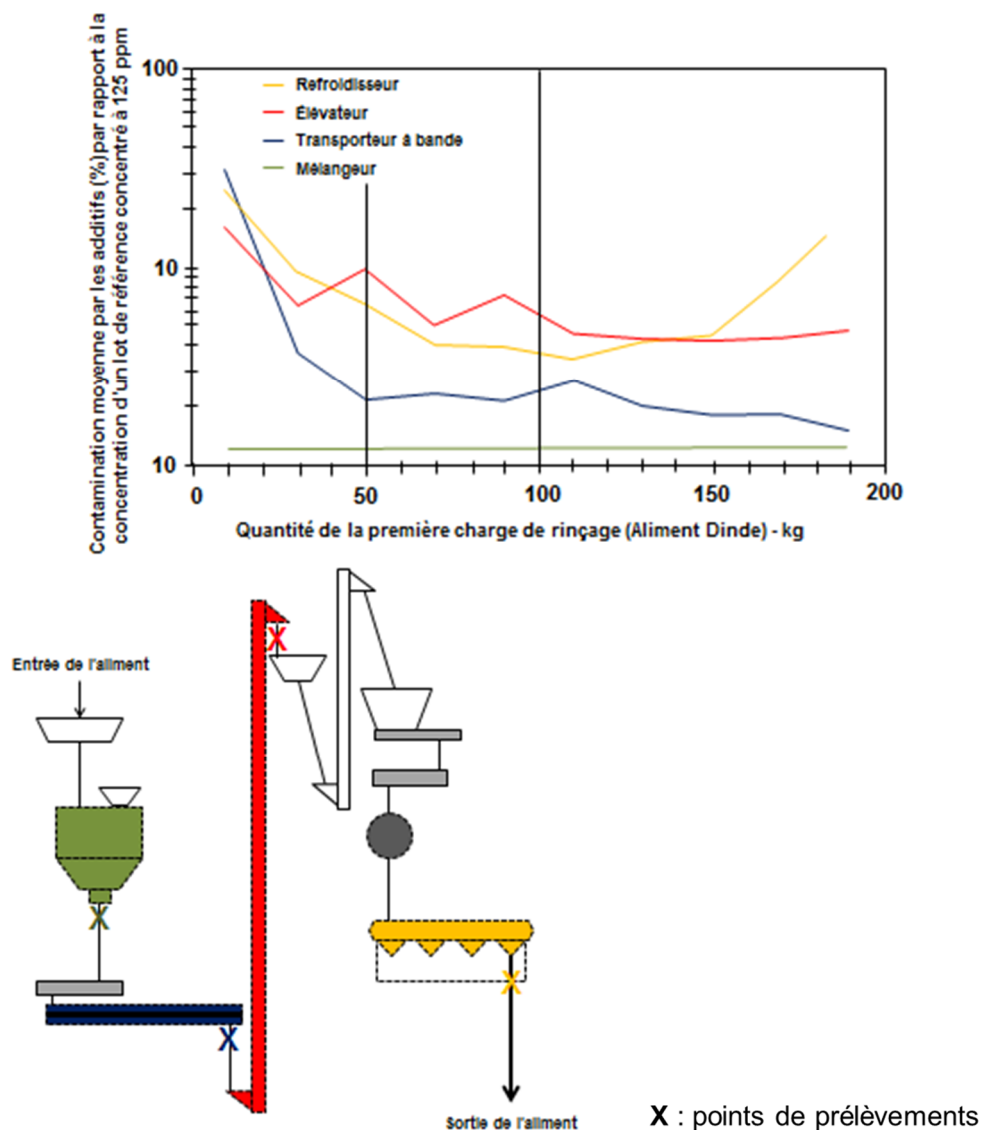


Figure 14 : Évolution de la contamination du premier lot collecteur selon différents points de prélèvement : mélangeur, trémie sous-mélangeur, élévateur à godets, refroidisseur (d'après Strauch, 2002)

Par conséquent, pour comprendre et maîtriser le phénomène de contamination croisée il sera intéressant de se focaliser sur l'influence de l'élévateur à godet post-mélangeur.

3.2.5.4. Bilan

En conclusion, trois principaux facteurs ont été identifiés pour leur influence sur les contaminations croisées : les produits, les pratiques et le matériel de manutention. Les études portant sur l'effet des produits sont plus nombreuses que celles qui traitent des facteurs liés aux appareils de manutention ou aux pratiques. Ceci est directement lié à la difficulté de faire varier les paramètres liés aux procédés de fabrication sur les sites industriels.

Cependant, il est très difficile de déterminer leur importance les uns par rapport aux autres sur cette problématique. Néanmoins, la **capacité d'émission de poussière** de l'aliment ainsi que **le transfert par l'élévateur à godets post mélangeur** semblent être deux paramètres particulièrement influents sur le niveau de contaminations croisées.

Pour ces raisons, il a été décidé de focaliser cette étude sur les paramètres procédés de l'élévateur à godets de type post-mélangeur, et leur impact sur le phénomène de transfert inter-lots.

3.3. L'élévateur à godets

Plusieurs essais expérimentaux sur des sites industriels ou sur pilote ont démontré l'augmentation importante du niveau de contamination d'une ligne de production engendré par l'élévateur à godets, et en particulier celui situé juste après le mélangeur. En effet, cet appareil de manutention transporte des produits sous forme pulvérulente, juste après le lieu d'incorporation des additifs (ou médicamenteux). Par conséquent, il est fortement générateur d'aérosols contenant beaucoup d'additifs. Celles-ci, par adhésion sur les parois ou sur les godets et par mise en suspension ou par concentration dans les dépôts, sont susceptibles d'être récupérées par les lots suivants.

En industrie, l'élévateur à godets est utilisé pour le transport vertical de produits pulvérulents. Leur hauteur est en moyenne de 35 m, pour un débit de 30 à 50 tonnes/heures. La Figure 15 représente deux photographies de têtes d'élévateur industriels



Figure 15 : Photographies de têtes d'élévateurs industriels

3.3.1.Principe de fonctionnement

Le schéma de la Figure 20 illustre simplement le fonctionnement d'un élévateur à godets et décrit ses principaux composants. Cet appareil de manutention comporte une sangle sur laquelle sont fixés les godets, à l'intérieur d'une gaine métallique (Figure 18). La sangle élève les produits verticalement, ou avec une forte inclinaison. Elle s'enroule en tête et en pied sur des poulies qui assurent son entraînement. La poulie de pied est souvent de type " cage d'écureuil " pour évacuer le produit latéralement et éviter l'écrasement du produit entre la poulie et la sangle (Figure 19). Au contraire, la poulie de tête est généralement pleine et recouverte d'un revêtement en caoutchouc pour éviter le déplacement latéral de la sangle (Figure 17).



Figure 16 : Vidange en tête d'élévateur



Figure 17 : Poulie de tête pleine



Figure 18 : Sangle et godets d'élévateur



Figure 19 : Poulie de pied "cage d'écureuil"

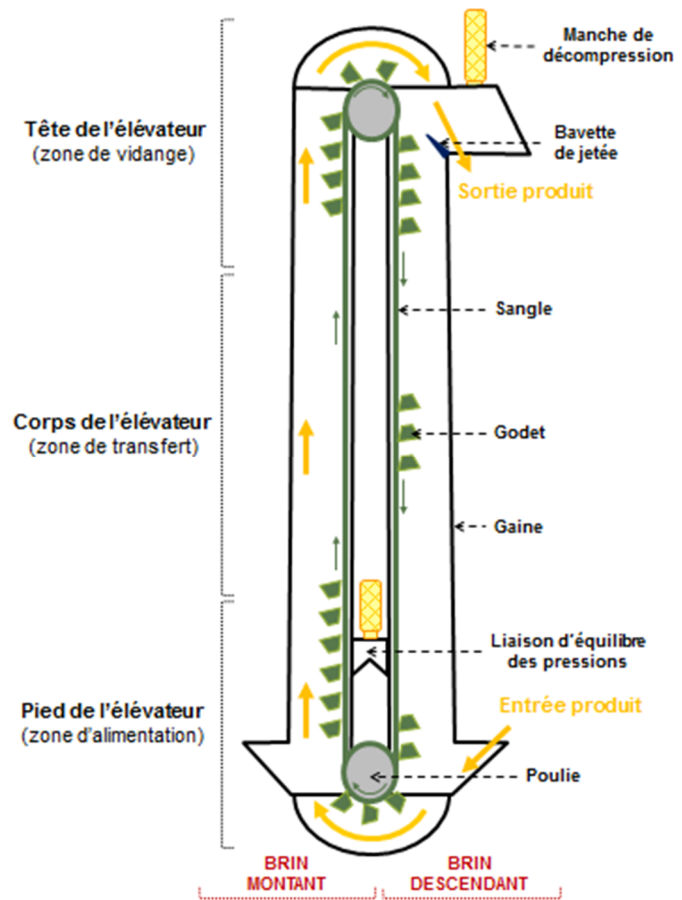


Figure 20 : Schéma d'un élévateur à godets

Le transport de produit pulvérulent par un élévateur à godets se décompose en quatre grandes étapes :

- le remplissage (ou alimentation) des godets en pied d'élévateur : par gravité par le brin montant ou par piochage par le brin descendant,
- l'ascension verticale du produit jusqu'à la tête de l'élévateur (transfert),
- la mise en rotation des godets sur la poulie de tête qui caractérise de début du processus de vidange en tête d'élévateur,
- la vidange (jetée) du produit qui est éjecté du godet et passe au-delà de la bavette de jetée avant d'être évacué dans un tuyau de sortie (Figure 16).

3.3.2. Intérêts de ce mode de transfert dans la profession

Avant de tenter d'améliorer un système déjà existant, il est légitime de se demander si son utilisation est sensée ou si d'autres systèmes seraient plus appropriés. La seule autre méthode existante pour convoyer verticalement un produit farineux est le transport pneumatique. Plusieurs études ont démontré les avantages de l'élévateur à godets par rapport à ce mode de transfert, notamment en termes de consommation énergétique. En effet, l'association Canadienne pour l'industriel de l'alimentation animale – CFIA – (1978) indique qu'un transfert pneumatique de débit 21 t/h de maïs en sortie mélangeur nécessite 39 kW alors que sous les mêmes conditions, un transfert mécanique utilise seulement 10 kW. Rothwell et al. (1991), même s'ils reconnaissent l'avantage de la flexibilité du transport pneumatique, ont démontré par une étude sur site industriel du transfert sortie mélangeur que son remplacement par un élévateur réduit d'environ 18 % la consommation d'énergie.

Bojdys (2002), par une étude de cas, souligne 3 bénéfices apportés par le remplacement d'un transporteur pneumatique par un élévateur à godets pour le convoyage de ciment broyé pour alimenter un silo de stockage et un four de préchauffage (Figure 21). D'une manière plus globale, il conclut que l'élévateur à godets permet une baisse moyenne de 2/3 de la consommation énergétique. De plus, préférer cet appareil de manutention diminue significativement la quantité d'air empoussiéré à traiter et réduit la nuisance sonore. Cependant, l'auteur n'indique pas si les résultats exposés concernent des données pour un lot ou pour une durée donnée de fonctionnement.

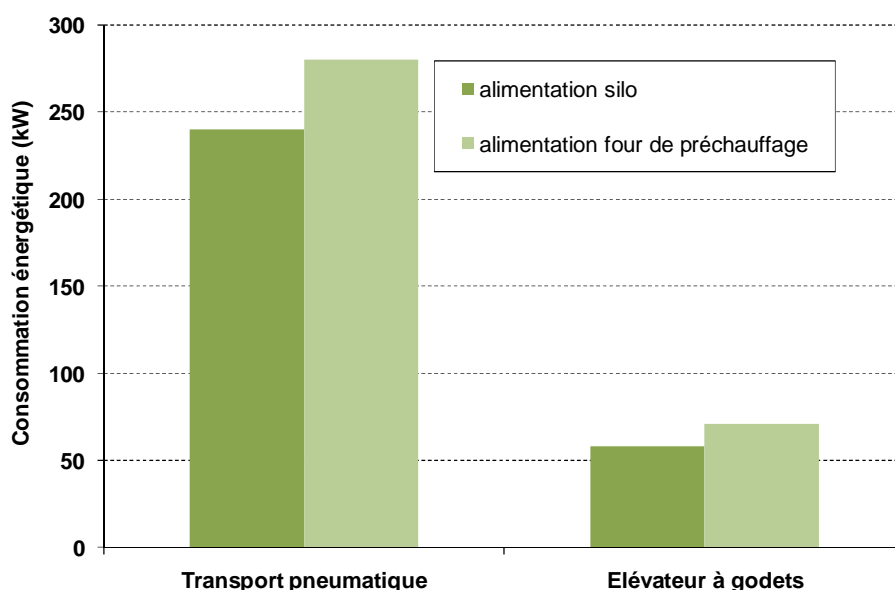


Figure 21 : Comparaison de la consommation énergétique d'un élévateur à godets par rapport à un transport pneumatique (Bojdys, 2002)

3.3.3. Points critiques de l'élévateur liés aux contaminations croisées

Du point de vue de la contamination croisée, le pied et la tête de l'élévateur sont des zones où le produit transféré a tendance à se déposer. Par conséquent, elles participent grandement à la contamination croisée générée par l'élévateur à godets. Wild (1999) avait effectivement répertorié ces zones comme fortement sujettes à ce phénomène (Figure 11 – p.46). Les phases de remplissage et de vidange sont donc très importantes et justifient une attention particulière dans la problématique des transferts inter-lots.

3.3.3.1. Remplissage au pied de l'élévateur

Martinez-Kawas (2008) a observé d'importantes augmentations de la concentration en coccidiostatiques (nicarbazine et en monensin) après passage d'un lot dans l'élévateur à godets. Il attribue ce phénomène à la rétention de produit dans le pied de l'élévateur.

Mina-Boac (2010) a étudié expérimentalement et par simulation numérique (DEM) la nature du produit contenu dans les godets au début de leur ascension, après leur remplissage dans le pied d'un élévateur. Elle a mis en évidence, dans le cas d'un élévateur à pied non rasant rempli d'un aliment A, que plus de 6 min de fonctionnement à vitesse normale (valeur

non indiquée) sont nécessaires pour que, lors du transfert d'un aliment B, les godets ne contiennent plus aucune trace de l'aliment A.

3.3.3.1.1. Alimentation de l'élévateur

Le remplissage des godets s'effectue au niveau du pied de l'élévateur, dans la plupart des cas par une vis ou un transporteur à bande. L'alimentation peut s'effectuer par le brin montant ou le brin descendant (Figure 22).

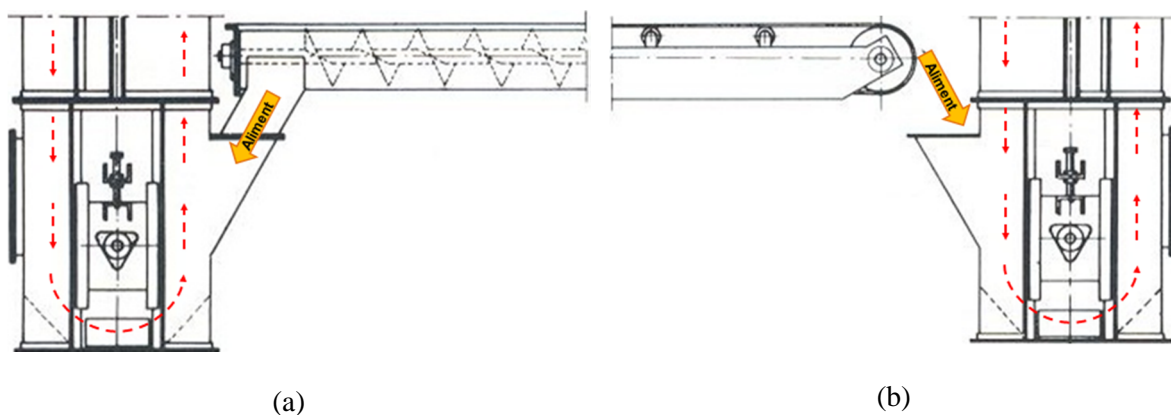


Figure 22 : Élévateur alimenté via une vis, par le brin montant (a). Élévateur alimenté via un transporteur à bande, par le brin descendant (b) – www.fao.org

L'expérience des industriels du secteur, fabricants d'aliments ou concepteurs de matériel de manutention, a mis l'accent sur les raisons qui motivent le choix de l'alimentation d'un élévateur à godets (brin montant ou descendant). Dans le cas du transport de matériaux sous la forme de farine, une alimentation par le brin descendant est souvent préférée. De cette manière, le produit tombe dans le fond du pied par gravité et les godets viennent y creuser pour se remplir pendant leur rotation autour de la poulie de pied. Ce type d'alimentation n'est pas adapté pour le transport des granulés ou des céréales brutes car le godet, lors de son remplissage est susceptible de casser les grains ou les granulés. Dans ce cas, une alimentation par le brin montant est préférée. Le produit est alors versé directement dans les godets au début de leur ascension. Le Tableau 7 ci-dessous récapitule les avantages et les inconvénients des choix du type d'alimentation.

Côté de l'alimentation	Farines (matières premières broyées)	Granulés / céréales brutes
Brin montant	<ul style="list-style-type: none"> • Génération d'aérosols à chaque remplissage d'un godet • Un mauvais réglage ou un dérèglement de l'appareil d'alimentation (vis ou transporteur) favorise le déport de sangle • Remplissage irrégulier des godets, pouvant être inadapté à ce dernier, causant ainsi un reflux important 	<ul style="list-style-type: none"> • Pas de risque de casse des produits • Nécessite un réglage plus précis de l'appareil d'alimentation
Brin descendant	<ul style="list-style-type: none"> • Risque de bourrage plus important si le débit d'alimentation est mal réglé (ou dérèglé) • Peu de génération de fine au niveau du pied • Remplissage optimal et régulier des godets 	<ul style="list-style-type: none"> • Risque de casse des granulés par les godets • Frottements importants au niveau du pied qui accélèrent l'usure des godets

Tableau 7 : Récapitulatif du choix du côté de l'alimentation d'un élévateur à godets en fonction du produit à transporté en alimentation animale. (Tecaliman)

Malgré tout, entre autres pour des raisons d'exiguïté dans les usines, il est possible que ces règles ne soient pas respectées.

3.3.3.1.2. Types de fond

Traditionnellement, principalement pour des raisons de facilité de construction, les pieds des élévateurs sont polygonaux (Figure 23a). Le produit transporté comble lui-même l'espace mort, créant une accumulation d'aliments dont seule la surface (2 à 5 cm) est renouvelée. Cette configuration peut alors être à l'origine de 2 problèmes : d'une part, la dégradation microbienne du produit accumulé et, d'autre part, la quantité de produit restante après le passage d'un lot favorise grandement la contamination croisée au début de la charge d'aliment suivante. De ce fait, Heeres (1993) et Farioli (1999) préconisent l'utilisation d'élévateurs à base arrondie (Figure 23b). Ce type de pied réduit au maximum l'espace libre entre les godets et le fond (laissant tout de même une marge d'environ 1 cm en cas de déformation de la sangle). La quantité de produit restante après le passage d'un lot est alors minimale.

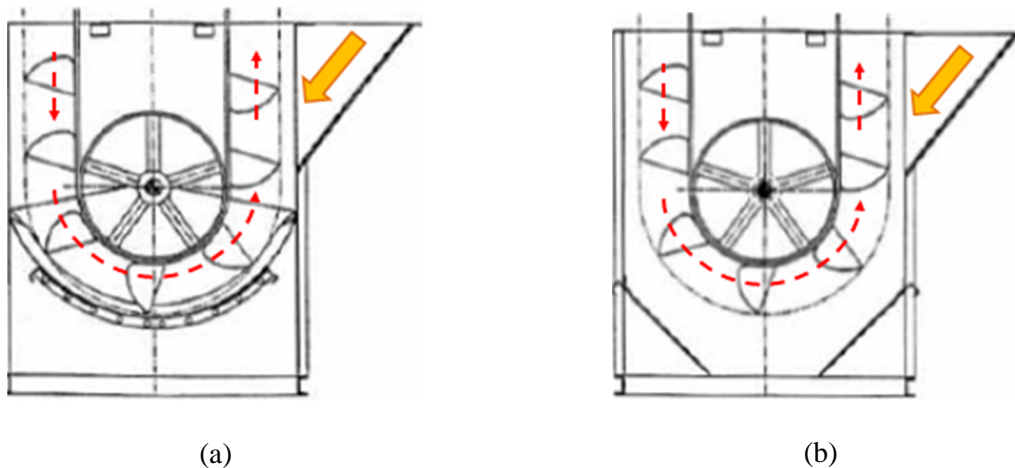


Figure 23 : Pied d'élévateur traditionnel (a) et à fond rasant (b) - Farioli (1999)

3.3.3.2. Vidange en tête d'élévateur (jetée)

La phase de vidange constitue la partie la plus importante du convoyage de pulvérulent par un élévateur à godets. Lorsque les paramètres sont correctement réglés, en fonction des caractéristiques du produit et de l'appareil, la jetée s'effectue correctement avec un débit maximal et une usure réduite.

La quasi-totalité de la littérature existante sur les élévateurs à godets traite de la phase de vidange du produit, en tête de l'appareil. Les recherches théoriques et/ou expérimentales effectuées concernent les " matériaux en vrac " mais peu de précisions sont apportées par les auteurs sur les caractéristiques physico-chimiques des produits testés. Cependant, les illustrations fournies laissent à penser qu'il s'agit de produits miniers plus ou moins lourds.

3.3.3.2.1. Différents profils de vidange

Trois profils de vidange au niveau de la tête de l'élévateur sont référencés dans la littérature. Chaque profil dépend de la nature des forces qui s'exercent sur le produit avant qu'il ne quitte le godet. Il détermine ensuite le début de l'éjection du produit et sa trajectoire de jetée. Le Tableau 8 décrit ces 3 types de vidange.

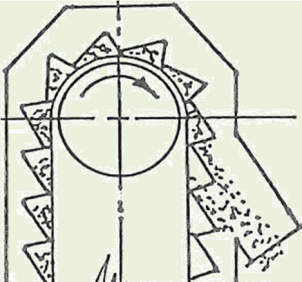
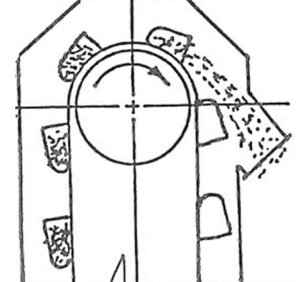
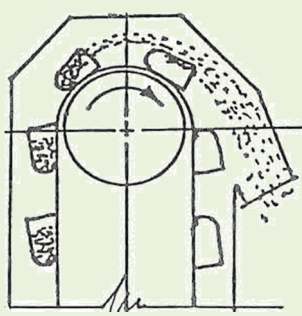
Vidange	Description	Illustration (Roberts ,1988)
Vidange Gravitaire	Le mouvement de décharge est principalement influencé par les forces gravitationnelles. Elle correspond à des vitesses relativement faibles et des produits plus lourds. Les particules glissent sur la paroi interne du godet. Le processus débute dans la 2ème partie de la poulie – quadrant I (Figure 24).	
Vidange Mixte	Les deux forces sont équivalentes. L'éjection du produit commence entre les quadrants I et II (Figure 24).	
Vidange Centrifuge	La vitesse des godets est suffisamment importante pour que les forces centrifuges soient prépondérantes. Elle correspond à des vitesses importantes (> 2 m/s). Dans ce cas, la forme du godet et en particulier de sa face extérieure joue un rôle important sur le profil de jetée du produit. Les particules glissent sur la paroi externe du godet. Le processus de vidange commence dès la mise en rotation du godet autour de la poulie – quadrant II (Figure 24).	

Tableau 8 : Différents types de vidange

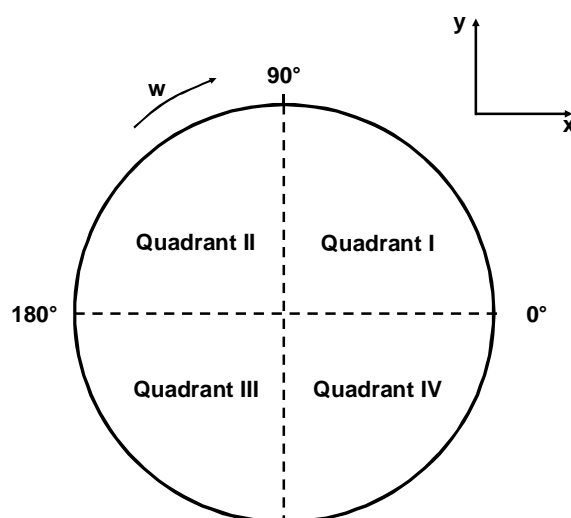


Figure 24 : Schéma de la poulie de tête

Katterfeld et Gröger (2007) ont mis en application des simulations numériques de vidanges en tête d'élévateur, basées sur la méthode des éléments discrets (DEM : Discrete Elements Method). 12 500 particules de diamètres uniformément répartis entre 2,8 et 5 mm ont été mises en jeu dans un godet. Les simulations obtenues et leurs équivalents expérimentaux réalisés sur une station d'essais illustrent clairement les 3 types de vidange, accessibles par variation de la vitesse linéaire de la sangle (Figure 25).

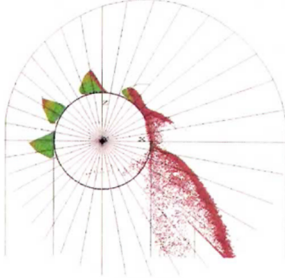
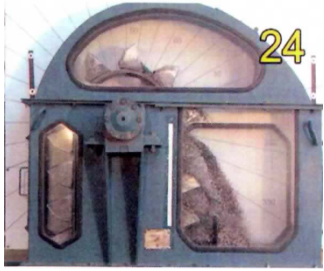
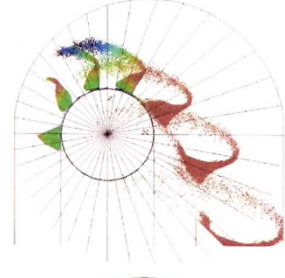

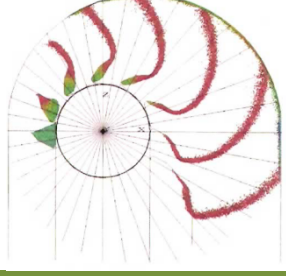

Type de vidange	Résultats numériques (DEM)	Résultats expérimentaux
Vidange gravitaire 24 tr/min $v = 0,5 \text{ m/s}$		
Vidange mixte 59 tr/min 1,24 m/s		
Vidange centrifuge 191 tr/min 4 m/s		

Figure 25: Résultats numériques (obtenus par DEM) et expérimentaux sur banc d'essais (Katterfeld et Gröger, 2007)

Le processus de vidange débute à partir de la mise en rotation du godet autour de la poulie. Dès lors, le produit transporté se met en mouvement à l'intérieur du godet et le produit est éjecté selon sa trajectoire de jetée. L'amorce de la phase de jetée et la trajectoire dépendent de plusieurs caractéristiques, liées au produit et à l'élévateur.

3.3.3.2.2. Mouvement du produit dans le godet pendant la vidange

Müller (1918) réalise les premiers travaux théoriques sur le processus de vidange en tête d'élévateur. Il développe en particulier la théorie des pôles. Cette méthode graphique permet de déterminer la trajectoire du produit en vrac à l'intérieur du godet lors de la vidange. Celle-ci est définie à partir de la résultante des forces gravitationnelle et centrifuge exercées sur le produit, considéré macroscopiquement. À partir de la mise en rotation du godet autour de la poulie, la résultante (R) des forces centrifuge (F_c) et gravitationnelle (G) exercées sur le centre de gravité du produit (considéré comme une masse) coupe l'axe vertical de la poulie en un point P appelé pôle. Il se distingue alors 2 comportements différents selon la position du pôle par rapport à la poulie (Figure 26).

Soit a la distance entre le pôle et le centre de la poulie, r le rayon de la poulie de tête et l la hauteur d'un godet.

si $a \leq r$: $P = P_c$ (pôle centrifuge)

si $a \geq r + l$: $P = P_g$ (pôle gravitaire)

Le produit à l'intérieur du godet se déplace selon une spirale logarithmique centrée sur le pôle concerné (Figure 26 b et d). Par conséquent, au cours d'une vidange de type centrifuge, le produit se déplace le long de la paroi extérieure du godet. Au contraire, pendant une vidange gravitaire, le matériau transporté suit la paroi intérieure du godet.

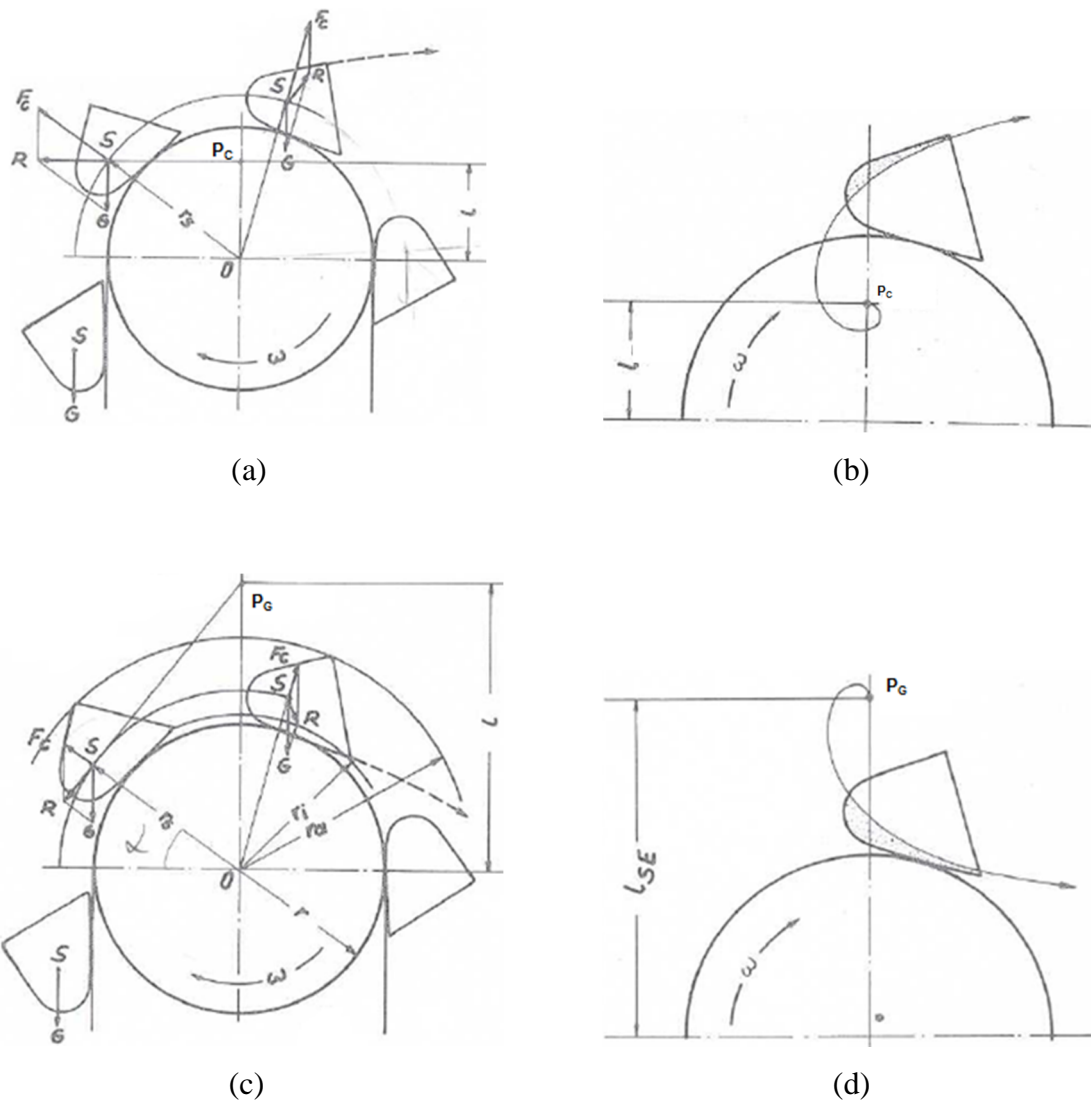


Figure 26 : Théorie des pôles développée par Müller (1918a)

Cette méthode a été modifiée par Koster (1984), considérant le mouvement du centre de gravité et donc des pôles, le long de l'axe vertical de la poulie. Les résultats théoriques ont été validés sur un banc d'essais mettant en jeu un matériau granulaire grossier. Cependant, ces observations expérimentales ont montré que la surface du matériau granulaire à l'intérieur du godet adopte une forme convexe, contrairement aux prédictions de la méthode des pôles. Beverly et al. (1983) attribuent cette différence aux forces de frottement exercées par les parois des godets sur le matériau transporté.

À partir de la théorie des pôles, Müller (1918) définit les limites entre les 3 types de vidange en fonction du diamètre de la poulie, de la hauteur du godet et de la vitesse linéaire de la sangle. Les courbes sont données par l'équation :

$$r = \frac{v^2}{3,133} \left(\frac{a}{r} \right)$$

où

r : rayon de la poulie de tête

v : vitesse de la sangle

a : distance entre le pôle

et le centre de la poulie

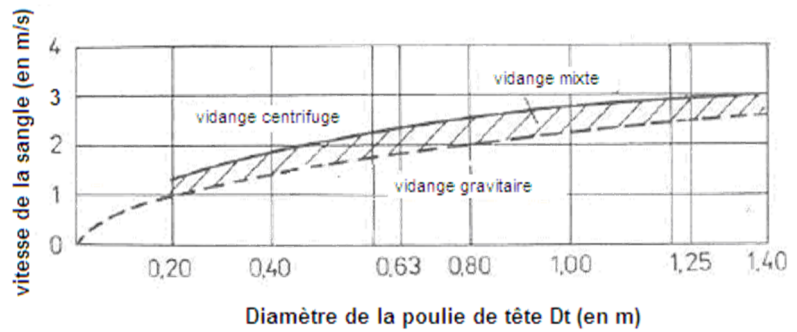


Figure 27 : Limites entre les 3 types de vidange (Müller, 1918)

La limite supérieure de la vidange centrifuge correspond à $a = r$ et la limite inférieure de la vidange gravitaire correspond à $a = r + l$ où l est la hauteur d'un godet. La zone comprise entre ces 2 valeurs correspond à une vidange mixte.

Beverly et al. (1983) ont étudié sur un banc expérimental le comportement de perles de plastique lors du processus de vidange centrifuge, à des vitesses de sangle et des angles de godets différents. L'utilisation de perles de 2 couleurs différentes, initialement positionnées en strates dans les godets a permis de visualiser, avec une caméra haute fréquence, le comportement du produit à l'intérieur d'un godet pendant sa rotation autour de la poulie. Les résultats ont mis en évidence qu'aucune distorsion notable des couches de perles n'a pu être observée. D'une part, les couches de perles sont éjectées dans l'ordre, du haut vers le fond du godet. D'autre part, l'angle à partir duquel le processus de vidange est amorcé ne dépend ni de la vitesse de la sangle, ni de l'angle du godet (Figure 28 – point B).

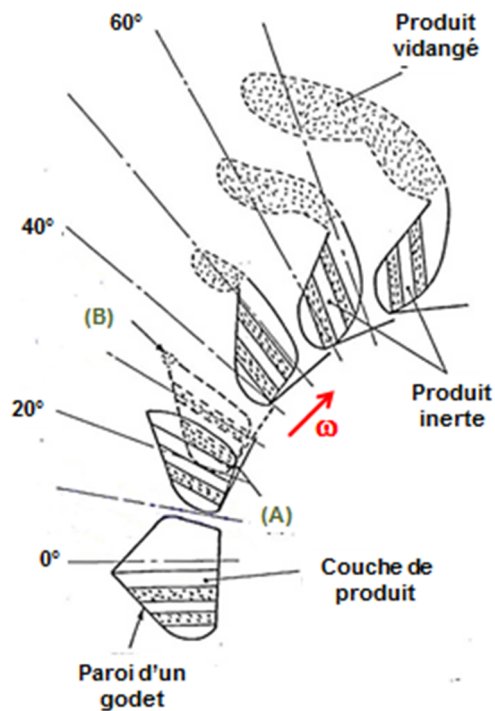


Figure 28 : Premières étapes d'une vidange centrifuge (Beverly et al., 1983)

3.3.3.2.3. Trajectoire de jetée du produit

Contrairement au mouvement du produit à l'intérieur du godet, où le matériau est considéré comme une masse globale, les modèles mathématiques développés pour déterminer la trajectoire de jetée d'une particule sont des modèles particuliers. Ainsi, les trajectoires de jetée sont calculées pour une seule particule, initialement sur la paroi du godet (paroi intérieure dans le cas d'une vidange gravitaire et extérieure pour une vidange centrifuge). Dès que la particule se désolidarise du godet, elle suit une trajectoire parabolique qui dépend de la vitesse linéaire de la sangle et de la position de la particule sur la paroi du godet et l'angle d'ouverture de ce dernier.

Certains modèles considèrent la particule fixe (Berkert, 1966 ; Rademacher, 1979 ; Franke, 1985 ; Koster et Huvers, 1990) et d'autres prennent en considération son glissement le long de la paroi du godet pendant la rotation de ce dernier autour de la poulie (Beverly et al., 1983 ; Roberts, 1988). Les caractéristiques du produit sont considérées uniquement dans ce dernier cas, via son coefficient de frottement. Celui-ci est obtenu par une cellule de cisaillement.

Franke (1991) montre l'influence de la profondeur des godets et de la vitesse de la sangle sur la trajectoire de jetée d'un matériau pulvérulent (Figure 29). En effet, avec des godets peu profonds, le produit est libéré en début de rotation (Figure 29 – zone 1) et en fin de rotation (Figure 29 - zone 3). De plus, pour des vitesses lentes ($< 2\text{m/s}$), le produit ne parvient pas toujours à passer au-delà de la bavette de jetée. Au contraire, lorsque les godets sont suffisamment profonds, le déchargement débute plus tard (Figure 29 - zone 2) et est réparti sur toute la durée de la rotation du godet autour de la poulie.

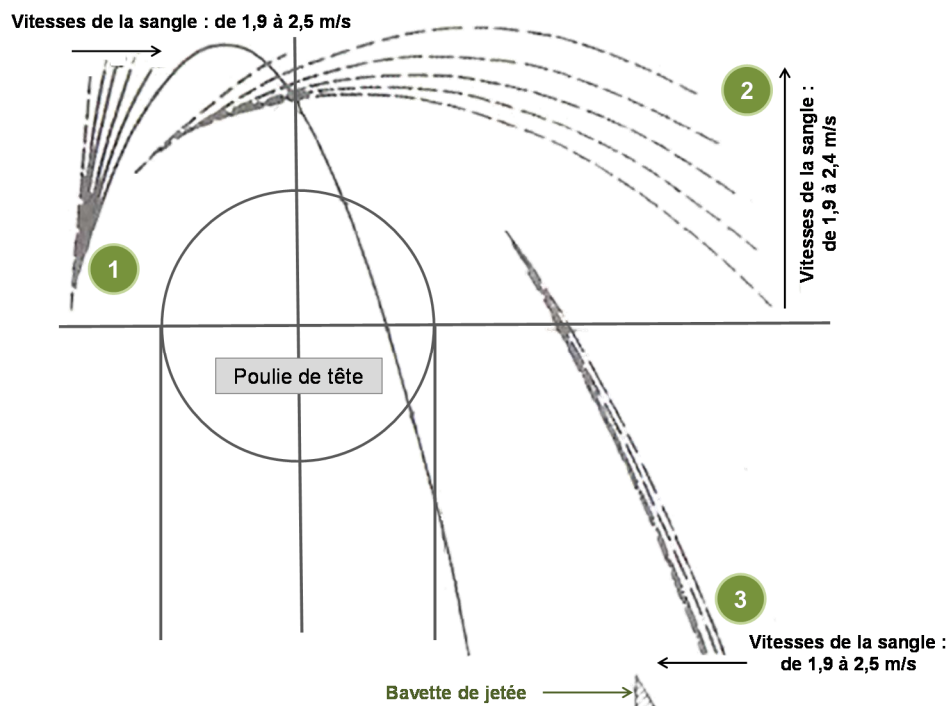


Figure 29 : Trajectoires de jetée d'un matériau pulvérulent à des vitesses linéaires de sangle et des profondeurs de godets différentes : traits pleins = godets peu profonds ; pointillés = godets profonds (d'après Franke, 1991)

3.3.3.2.4. Recyclage

Le recyclage, ou reflux, dans le brin descendant de l'élévateur est une problématique importante en ce qui concerne la maintenance d'un élévateur à godets. Knapp (2003) distingue 2 types de recyclage.

Le premier (back-legging) se produit lorsqu'une partie du produit ne parvient pas à franchir la bavette de jetée et retombe dans la jambe descendante. Ceci peut être dû soit à un

angle d'inclinaison de la bavette de jetée non adapté, soit à une vitesse de sangle trop élevée provoquant une amorce du processus de vidange avant 20°.

Le second type de recyclage (down-legging) est la conséquence d'une vidange incomplète des godets avant d'atteindre 180°. Une partie du produit n'est alors pas expulsée du godet et retombe dans le brin descendant, entraîné par le mouvement du godet. Par ce phénomène, le produit est de nouveau élevé par l'appareil, parfois plusieurs fois, provoquant des pertes d'énergie (consommation en puissance plus élevée) et augmentant la quantité de poussière en suspension dans le brin descendant en particulier.

Rademacher (1979) distingue le reflux avant la vidange du produit contenu dans le godet du reflux post-vidange.

Le reflux avant vidange peut se produire :

- par le bord extérieur au moment où le godet plein passe d'un mouvement rectiligne à une rotation autour de la poulie,
- au moment de l'amorce de la vidange du produit, par le bord intérieur du godet, au moment où celui-ci est au plus haut. Le produit tombe alors sur la sangle et peut glisser dans l'interstice entre le godet précédent et la sangle. Il chute ensuite dans le brin descendant ou reste adhérent.

L'auteur identifie deux cas pour le **reflux pendant la vidange** : le reflux direct et le reflux indirect

- **le reflux direct** : la trajectoire du produit, sans rencontrer d'obstacle, passe partiellement ou pas du tout la bavette de jetée,
- **le reflux indirect** : la trajectoire du produit est modifiée par la rencontre d'un obstacle qui peut être la paroi, un des godets précédent ou le godet d'origine.

Koster (1984) a mené des expériences sur un banc d'essais, avec des godets de type " DIN " (p 65) utilisés pour la manutention de minerai, qui lui ont permis d'observer et de mettre en évidence qu'une partie des particules de produit ne subit pas la force centrifuge nécessaire pour l'éjecter du godet. Cette portion de produit peut alors être vidangée par l'action de la gravité ou retomber dans le brin descendant. Ce phénomène correspond au

reflux direct identifié par Rademacher. En outre, il a montré que cette quantité augmente avec la vitesse linéaire de la sangle.

3.3.3.2.5. Évolution de la forme des godets

Depuis la mise en service des premiers élévateurs à godets à la fin du XIX^{ème} siècle, la forme des godets a beaucoup évolué (Figure 30) dans le but d'améliorer le rendement de l'appareil en l'adaptant au mieux au produit manutentionné et à son comportement pendant le processus de vidange.

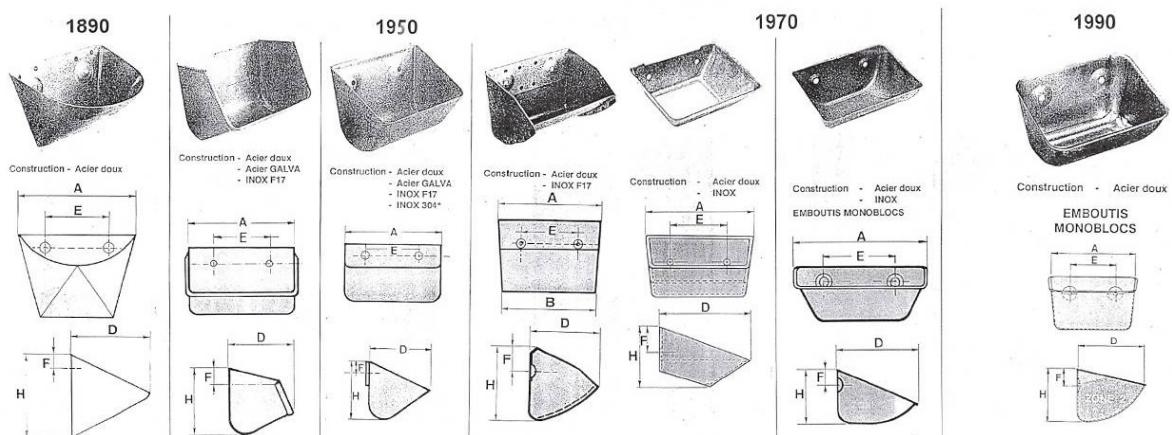


Figure 30 : Évolution de la forme des godets (société STIF)

Cette évolution a été en très grande partie le fruit d'expérimentations, sur des élévateurs industriels ou sur pilotes et avec une gamme de produits testés plus ou moins importantes. De plus, les conclusions ont très souvent été publiées en interne uniquement. Cependant, Koster (1984) vérifie expérimentalement les travaux de Rademacher et al. (1979) et de Beverly et al. (1982) sur le déplacement du produit dans un godet pendant la mise en rotation autour de la poulie et la trajectoire de vidange du produit lorsqu'il est expulsé du godet. Ces études ont conduit à une optimisation de la forme des godets par une paroi extérieure logarithmique (Figure 31).

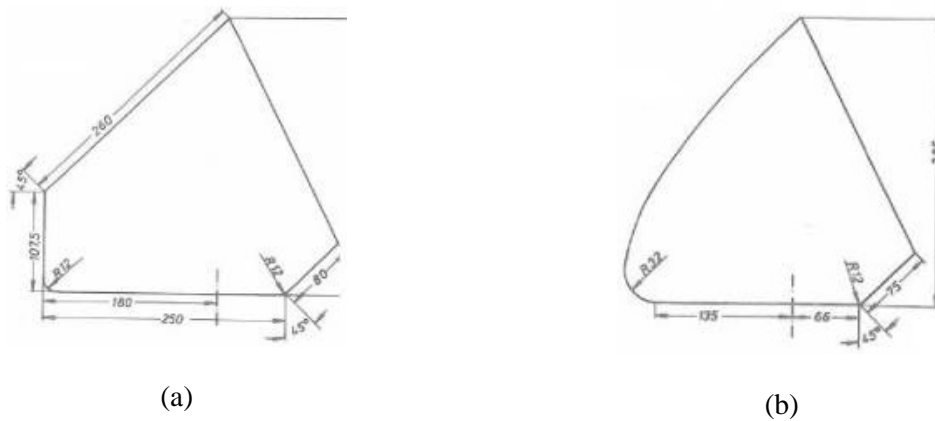


Figure 31 : Godet classique (a) et godet logarithmique (b) – Koster, 1984

À partir de ces travaux, Jaskulski (2008) a développé un modèle mathématique numérique avec une approche ETO (Engineer-To-Order) qui permet la comparaison de plusieurs formes de godets pour une vidange de type centrifuge pour un élévateur à rendement élevé. Il apparaît que le godet " embouti monobloc " (Figure 32) offre les meilleurs capacités en termes de stabilité et de rendement.



Figure 32 : Formes de godets expérimentées (Jaluski, 2008) de gauche à droite : forme polie, forme logarithmique, tulipe, type C (monobloc embouti), godet américain.

Enfin, Jaskulski a mis en place une optimisation numérique pour définir une forme optimale des godets (Figure 33) en fonction des caractéristiques de l'élévateur, et du produit transporté.

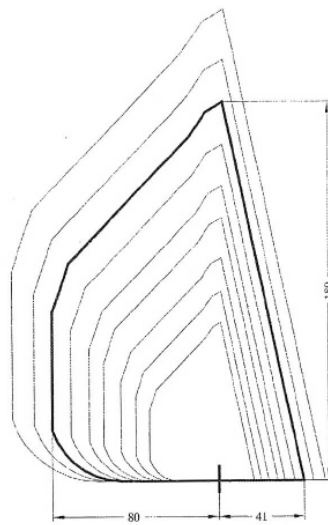


Figure 33 : Forme optimale (trait plein) d'un godet pour une vidange centrifuge (Jasluski, 2008)

Tous ces travaux concernant les 2 phases les plus critiques pour un transfert de produits pulvérulents par un élévateur à godets ont souvent servi de base pour la conception des élévateurs à godets adaptés à plusieurs secteurs industriels. Cependant, dans le cas de la nutrition animale, le type de produits transportés n'a été peu, voire pas étudié. Par conséquent, les élévateurs de cette profession sont conçus essentiellement sur des bases empiriques.

3.3.4. Conception

Kugel (1998), à l'issue d'une étude sur une centaine d'élévateurs industriels, propose un schéma pour adapter le choix de l'élément de tractage (sangle ou chaîne) aux contraintes spatiales (hauteur), au débit souhaité et aux caractéristiques du produit à convoyer (température, taille des particules, taux de matière grasse, etc.) (Figure 34).

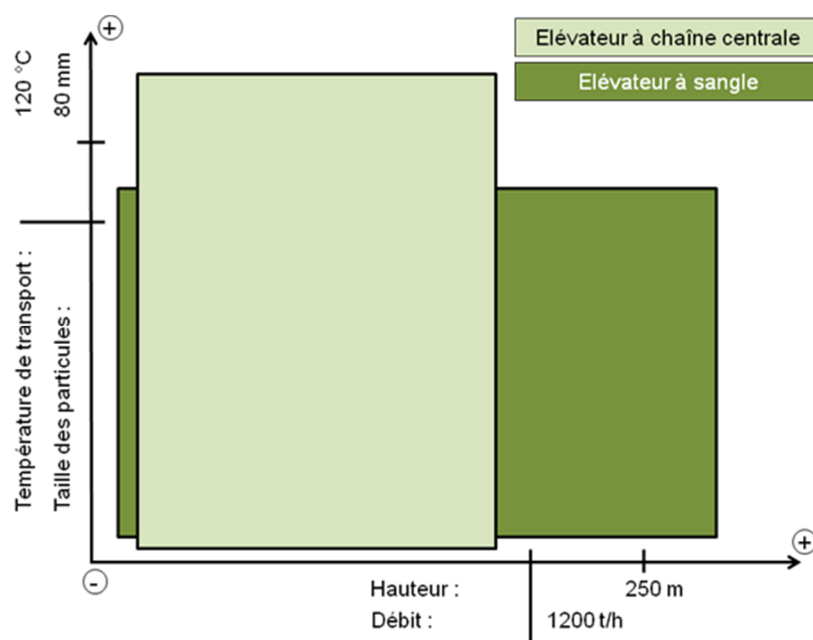


Figure 34 : Schéma de choix du type d'élévateur (Kugel, 1998)

Dans le secteur de l'alimentation animale, les produits transportés ont un diamètre médian aux environs de 500 μm pour les farines et de l'ordre du centimètre pour les granulés ou les céréales brutes. Le transport s'effectue à température ambiante. Les hauteurs d'élévations sont comprises entre 25 et 45 mètres et les débits sont proches de 30 tonnes/heure (t/h). Pour ces raisons, les élévateurs utilisés dans la profession sont des élévateurs à sangle. Celle-ci est en polyester revêtue de plaques de recouvrement en caoutchouc ou en PVC. Elle est antistatique et résiste à la graisse et à l'abrasion. Cet appareil de manutention est omniprésent dans l'industrie de l'alimentation animale (5 à 10 élévateurs pour une ligne de production classique) puisqu'il transporte une très grande partie des produits de différentes natures. De plus, il présente un encombrement relativement faible et une emprise au sol très réduite. C'est donc un appareil de transfert tout à fait adapté aux usines de fabrication d'aliments pour animaux, souvent très hautes et exiguës.

Les élévateurs à chaîne sont souvent utilisés pour leur résistance supérieure dans le transport de matériaux lourds (roches, ciments...) ou pour leur possibilité d'atteindre un débit très important dans les ports de commerce.

La Fédération Européenne de la Manutention (F.E.M.) évoque 3 modes de fonctionnement possibles pour un élévateur (FEM, 1981) et décrit les caractéristiques

techniques de l'élèveur qui en découlent (Tableau 9). Par ailleurs, la détermination du mode de fonctionnement ainsi que la forme des godets s'adapte en fonction du produit transporté et de ces caractéristiques physiques (Tableau 10)

Mode de fonctionnement	Produit transporté en alimentation animale	Vitesse de transport	Traction	Vidange
Marche lente	Céréales brutes ou granulés	1 m/s	sangle ou chaîne	gravitaire
Marche rapide	Granulés ou matières 1 ^{ères} broyées (farines)	1 à 2 m/s	sangle ou chaîne	mixte à centrifuge
Marche super rapide	Matières 1 ^{ères} broyées (farines)	2 à 4 m/s	Sangle	centrifuge

Tableau 9 : Différents modes de fonctionnement d'un élèveur à godets (d'après FEM, 1981)

Propriétés du produit transporté	Vidange	Forme des godets	Taux de remplissage des godets (%)
• Écoulement facile	gravitaire	moyennement profond à profond	85
• Sec	mixte	moyennement profond à profond	75
• Écoulement difficile			
• Humide	mixte à centrifuge	moyennement profond à profond	50 à 75
• Tendance à l'agglomération			
• Faiblement abrasif	gravitaire	moyennement profond à profond	80 à 90
• Sec	mixte à centrifuge	moyennement profond à profond	70 à 80
• Faiblement abrasif	gravitaire	moyennement profond à profond	70 à 90
• Sec	mixte	moyennement profond à profond	70 à 85
• Faiblement abrasif	gravitaire	profond	60 à 80
	mixte	profond	50 à 70
• Fortement abrasif	gravitaire	profond	60 à 80
• Broyage non admis			
• Sec	gravitaire	profond	60 à 80
• Écoulement difficile			
• Fortement abrasif	gravitaire	moyennement profond	60 à 80
• Sensibles aux frottements			
• Faiblement abrasif			
• Écoulement facile	centrifuge	plat	70 à 90
• Sec			

Tableau 10 : Relation entre les propriétés des produits en vrac et la conception de l'élèveur à godets sur la base de la littérature technique (FEM, 1989)

Il existe quelques règles pour la conception des élévateurs à godets pour le secteur de l'alimentation animale, cependant elles sont très souvent empiriques et tirées de l'expérience des industriels, issus de la profession ou de secteurs connexes (meunerie, minoterie...). Par exemple, Knapp (2003) expose une liste de "règles empiriques", plus ou moins approximatives, permettant d'obtenir le meilleur rapport coût/rendement d'un élévateur à godets :

- le diamètre de la poulie de tête doit être égal à 5 fois la hauteur d'un godet,
- l'espace entre les godets doit être égal à la hauteur d'un godet plus 5 cm,
- la vitesse de la sangle pour les granulés et les matériaux friables ne doit pas dépasser 0,53 fois la racine du diamètre de la poulie,
- le débit d'alimentation doit être 3 à 4 fois celui de l'usine,
- la sangle doit être au minimum 2,5 cm plus large que les godets,
- la poulie doit être au minimum 2,5 cm plus large que la sangle,
- l'angle de la bavette de jetée doit être supérieur à 45°.

L'auteur précise tout de même que ce ne sont que des directives et qu'elles doivent être adaptées à chaque élévateur.

3.3.5. Génération d'aérosols pendant la manutention par un élévateur à godets

Plusieurs études ont souligné la propension de l'élévateur à godets à générer des aérosols pendant la manutention de céréales entières. Parnell et al. (1986) ont étudié les caractéristiques physiques de la fraction de particules fines inférieures à 100 μm (obtenues par aspiration puis filtration) générées par la manutention de cinq céréales différentes (non broyées) par un élévateur à godets. Le Tableau 11 démontre la finesse de ces aérosols puisque la fraction inférieure à 100 μm concerne 30 à 50% des particules fines émises.

Produit	Fraction de particules fines < 100 µm (%)	Densité apparente (g/cm ³)	Densité particulaire (g/cm ³)	Diamètre médian (µm)	Fraction de cendres (%)
Soja	50,6	0,150	1,69	14,8	5,20
Riz	44,2	0,221	1,46	12,1	30,60
Maïs	54,1	0,153	1,50	13,6	12,00
Blé	34,3	0,208	1,48	14,7	7,19
Sorgho	34,3	0,308	1,43	15,7	9,59

Tableau 11 : Caractéristiques physiques des particules fines < 100 µm

De même, Martin et Stephens (1977) ont réalisé sur un élévateur à godets pilote de taille industrielle (53 m), des prélèvements (par cyclone) des aérosols générés par le transport de grains de maïs écalés¹³. Ils dégagent une augmentation linéaire de la quantité de particules fines inférieure à 125 µm avec le nombre de passages dans l'élévateur d'environ 0,6% à chaque passage et représente 70% de la masse totale d'aérosols récupérée. Plus récemment, Mina-Boac et al. (2006), avec le même élévateur, ont démontré que pour un aliment de bétail sous forme de granulés de base maïs, cette même fraction de particules fines représentait seulement 50 % de la poussière générée. Ces auteurs ont, de plus, mené des essais expérimentaux afin d'étudier les fractions plus fines de ces aérosols collectés. Le Tableau 12 expose les valeurs obtenues et met en exergue leur finesse.

	Particules fines < 2,5 µm	Particules fines < 4 µm	Particules fines < 10 µm	% de la masse totale d'aérosols collectée
Maïs écalé	7,45	9,98	28,8	
Blé	5,19	9,81	34,1	

Tableau 12 : Fraction de particules fines dans les aérosols collectés pendant la manutention par un élévateur à godets (Mina-Boac, 2006)

Les résultats de ces études, soulignent d'une part que le transport de céréales via un élévateur à godets est fortement générateur d'aérosols et d'autre part que ceux-ci sont relativement fins. Plus le produit transporté est fin, plus cette quantité d'aérosols est

¹³ Grains de maïs dont la coque a été enlevée

importante. Les particules fines ainsi désolidarisées de la matrice de l'aliment vont adhérer aux parois de l'élévateur ou aux godets, ou rester en suspension puis retomber par gravité au fond de l'appareil, par exemple.

3.3.6. Dépôts de particules fines dans l'élévateur

Tecaliman a mené en 2008 une campagne de prélèvements d'échantillons de dépôts dans les circuits de fabrication d'aliments pour animaux. Ces relevés ont été effectués *in situ*, dans le pied de l'élévateur : trappe au fond, au niveau de la gaine et des godets du brin montant : poussière agglomérée sur les godets et les parois des 2 brins (Figure 35) et au niveau de la tête : poussière à l'extérieur ou expulsée par une fuite lors du fonctionnement de l'appareil (Figure 36).



Figure 35 : Pied (à gauche) et gaine montante de l'élévateur (à droite)



Figure 36 : Dépôts au niveau de la tête de l'élévateur. De gauche à droite, usines 1, 2 et 3

	H (%)	$\rho_{apparente}$ (g/L)	$\rho_{tassée}$ (g/L)	I_H	I_C	ATE (°)
Pied	11,6	476,5	643,9	1,4	0,26	69,56
Corps	11,2	388,9	559,5	1,4	0,30	70,25
Tête Usine 1	7	441,8	581,1	1,3	0,24	66,99
Tête Usine 2	8,9	425,4	551,4	1,3	0,23	64,22
Tête Usine 3	9,3	359,8	500,9	1,4	0,28	66,96

Tableau 13 : Résultats de la campagne de prélèvements des dépôts dans les élévateurs (Tecaliman, 2008). H% : taux d'humidité. $\rho_{apparente}$: masse volumique apparente. $\rho_{tassée}$: masse volumique tassée. I_H : Indice d'Hausner. I_C : Indice de Carr. ATE : angle de talus par éboulement à 20 mm

Indice d'Hausner	$I_H = \frac{\rho_{tassée}}{\rho_{apparente}}$	$1,0 < I_H < 1,2 \rightarrow$ légèrement compressible et cohésif $1,2 < I_H < 1,4 \rightarrow$ compressible et cohésif $I_H > 1,4 \rightarrow$ très compressible et très cohésif
Indice de Carr	$I_C = \frac{\rho_{tassée} - \rho_{apparente}}{\rho_{apparente}}$	$I_C < 0,15 \rightarrow$ bonne coulabilité $0,15 < I_C < 0,25 \rightarrow$ coulabilité moyenne $I_C > 0,25 \rightarrow$ mauvaise coulabilité

Ces caractéristiques physiques démontrent que les particules fines en mouvement dans l'élévateur sont de nature cohésive (indice d'Hausner $> 1,25$) et de coulabilité faible voire très faible (Indice de Carr supérieur à 0,25).

Le Cetim (Centre Technique des Industries Mécaniques) (Hermon, 2011) a mené une étude sur l'encrassement des systèmes de transfert de produits solides et en particulier sur les facteurs qui sont susceptibles de les favoriser. Les essais ont été réalisés sur un dispositif pilote et avec un " produit de référence " mis à l'état de lit fluidisé, dont les caractéristiques ne sont pas détaillées. Les paramètres activés sont : la température de la paroi, le débit d'air à travers le produit, l'humidité, la granulométrie et le taux de matière grasse du produit, la pression à l'intérieur de l'enceinte et la nature de la paroi. Les résultats des essais ont révélé l'influence notable des caractéristiques du produit et du gradient de température entre la paroi de l'appareil de manutention et l'extérieur. Des essais mis en œuvre par la suite sur des produits industriels (nourritures pour chiens, pour poissons et farines de maïs) ont mis en évidence l'effet prépondérant de la granulométrie par rapport à l'effet du taux de matière grasse. Enfin, ces expériences ont montré que même si l'effet de l'état de la paroi est relativement faible, une paroi initialement sale recueille des dépôts plus importants en masse.

Par ailleurs, les expérimentations sur sites industriels évoquées au chapitre 2.2 ont souligné la forte tendance qu'ont les additifs et les produits médicamenteux à s'intégrer aux particules fines et à se désolidariser de la matrice de l'aliment. Comme identifié dans un précédent paragraphe, ces phénomènes sont les principales causes de la contamination croisée dans les élévateurs à godets post-mélangeur.

3.3.7. Flux d'air et déplacements d'aérosols dans l'élévateur

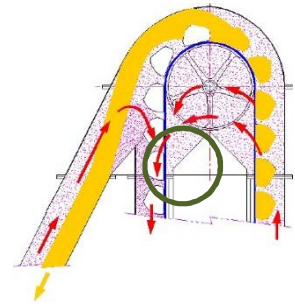
Les flux d'air dans l'élévateur à godets sont en grande partie responsables de la mise en suspension de particules au cours de la manutention. Ils sont provoqués par le mouvement rapide (de l'ordre de 2.5 m/s) de la sangle et des godets. Les mouvements d'air les plus importants sont situés au niveau des extrémités de l'appareil (tête et pied d'élévateur).

Le référentiel (Expertises J.M.C., 2004) traite des formations de nuages d'aérosols et des mouvements d'air dans les équipements de manutention de produits céréaliers. Les phénomènes décrits concernent les mouvements d'air et d'aérosols. Ils résultent des observations et des réflexions de l'auteur au cours de ses 45 années de vie professionnelle consacrée, à la conception et à la réalisation d'installations et d'équipements destinés au stockage, à la manutention, la valorisation et la transformation de produits céréaliers. Le Figure 37 détaille ses observations concernant les flux d'air et les déplacements d'aérosols dans la tête de l'élévateur à godets.

Tête de l'élève

Sans aspiration

- le volume d'air déplacé est supposé égal à la section de la gaine montante par la vitesse de la sangle.
- Les flux circulent dans le sens du déplacement de la sangle
- Une partie des très fines particules ($< 50 \mu\text{m}$) passe au-dessous de la poulie de tête et est entraîné par le flux d'air induit par la descente des godets.
- Le flux d'air remontant par la tuyauterie de jetée traverse la trajectoire du produit, est aspiré par la dépression formée par la vidange des godets et entraîne une partie des particules fines.
- La zone la plus empoussiérée se situe sous la bavette de jetée (entouré en vert sur la figure).



Aspiration centralisée ou avec filtre encastré

- Le flux d'air poussiéreux remontant par la tuyauterie de jetée est aspiré par l'aspiration centrale ou le filtre.
- Les godets redescendent avec un volume d'air légèrement poussiéreux.

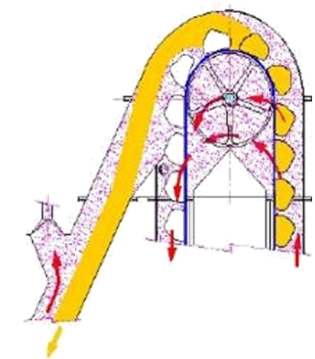


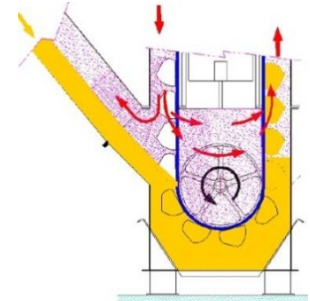
Figure 37 : Flux d'air et déplacements d'aérosols au niveau de la tête de l'élève à godets

De même, la Figure 38 décrit et illustre les mouvements d'air et de particules fines au niveau du pied de l'appareil de manutention.

Pied de l'élève

Sans aspiration

- le volume d'air déplacé est légèrement supérieur au débit volumétrique augmenté des flux induits provenant de la gaine descendante et éventuellement du conduit d'alimentation.
- Le pied de l'élève est en légère surpression. La zone de surpression maximum se situe à proximité de la zone de piochage des godets.
- Une partie des très fines particules ($< 50 \mu\text{m}$) passe au-dessous de la poulie de pied et est entraînée par le flux d'air induit par l'ascension des godets.
- Le flux d'air peut remonter partiellement par la tuyauterie d'alimentation.
- Les particules fines présentes dans le grain s'échappent partiellement de la masse lors du remplissage des godets
- La zone la plus empoussiérée se situe au-dessus de la zone de piochage.



Aspiration centralisée ou avec filtre encastré

- Si l'aspiration est placée côté gaine descendante, elle aspire les flux d'air provenant de la gaine descendante et ceux induits par le produit en mouvement dans la tuyauterie d'alimentation. Si l'aspiration est placée côté gaine montante les flux d'air de la gaine descendante passent à travers le pied avant d'être aspirés.
- Peu d'aérosols remontent dans la gaine montante.

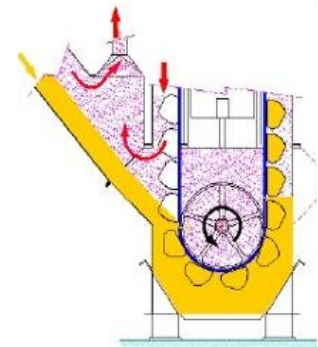


Figure 38 : Flux d'air et déplacements d'aérosols au niveau du pied de l'élève à godets

3.3.8. Déport de sangle

L'usure et la déformation de la sangle et/ou des godets est à l'origine de mouvements instables de la sangle dans les brins montant et descendant de l'élève. Ces oscillations irrégulières sont souvent source de génération d'aérosols et provoquent des variations importantes de la vitesse de l'air dans les deux brins (Diener, 1989). Cet auteur propose plusieurs dispositifs à mettre en place pour prévenir ces phénomènes reposant sur la mesure de vitesse de rotation des poulies de tête et/ou de pied, sur le contrôle de la répartition du produit dans les godets ou sur la mesure de la température de la poulie de tête (un déport de sangle étant source de frottement et donc d'échauffement).

3.4. Comportement physique des produits pulvérulents

Les matériaux sous forme pulvérulente ont un comportement physique particulier encore très peu connu aujourd'hui, bien que leur domaine d'application soit très vaste (industries pharmaceutiques, agro-alimentaires, génie civil, mécanique des sols...). L'une des plus grandes difficultés dans l'étude de ce type de produit réside dans le fait qu'il peut se comporter différemment selon les sollicitations auxquelles il est soumis. D'une manière générale, 3 grands types de comportement ont été identifiés, correspondant plus ou moins aux 3 états connus de la matière :

- le régime "**solide**" des déformations quasi-statiques (surtout utilisé en mécanique des sols). par exemple, lorsqu'il est entreposé dans un silo, le produit (matière première brute, broyée ou granulés) peut être assimilé à une masse globale qui exerce des forces de pression sur les parois du silo.
- le régime "**liquide**" des écoulements denses. le matériau se comporte alors comme un fluide viscoplastique. ce comportement se retrouve souvent dans une ligne de fabrication d'aliments et en particulier pendant les phases de mélange, de vidange ou de transfert.
- le régime "**gazeux**" des milieux agités et dilués. c'est un régime collisionnel qui apparaît lorsque le matériau est agité. il se comporte alors comme un gaz dissipatif. ce comportement concerne essentiellement les particules fines qui sont désolidarisées de la matrice d'aliments, en particulier lors des transferts verticaux par élévateurs à godets ou les chutes dans des conduites verticales.

Ainsi, au cours de la manutention d'un aliment par un élévateur à godets, le comportement de la masse globale est assimilable à l'écoulement d'un fluide visqueux. Les particules fines qui s'échappent de la matrice du produit sont soumises aux écoulements d'air à l'intérieur du système et aux mécanismes de dépôts en proche-paroi (couche limite).

Ce paragraphe traite dans un premier temps des principales propriétés physiques qui caractérisent le comportement du flux de produit. Ensuite, les principaux mécanismes qui jouent sur les particules fines seront détaillés.

3.4.1. Propriétés physiques caractérisant le comportement du flux global

L'équivalent de la viscosité dans le cas d'un matériau poudreux est sa capacité d'écoulement, ou coulabilité (flowability). La propension d'un matériau pulvérulent à générer des aérosols lors de sa manipulation se caractérise par sa dissémination (dustiness).

3.4.1.1. Capacité d'écoulement d'un matériau pulvérulent : la coulabilité

Le terme " écoulement " est généralement réservé aux fluides. Cependant, les matériaux poudreux, lorsqu'ils sont manutentionnés, ont souvent un comportement comparable à celui d'un fluide visqueux.

La coulabilité d'un matériau pulvérulent est caractérisée par son aptitude à s'écouler librement, de manière régulière et constante par le mouvement relatif des particules les unes par rapport aux autres et/ou par rapport aux parois. Dans le secteur industriel, elle conditionne les performances et le bon fonctionnement des procédés de manutention. En particulier, lors du transfert par un élévateur à godets, cette caractéristique joue un rôle essentiel pendant les phases de remplissage et de vidange où le produit est sollicité mécaniquement.

La coulabilité d'une poudre dépend des forces d'interactions entre les particules qui constituent le matériau, et de la compressibilité du milieu pulvérulent. De ce fait, la capacité d'écoulement n'est pas inhérente à un produit mais dépend aussi de l'environnement (température extérieure, humidité, etc.) et de la manière dont il est sollicité (vitesse, angle et hauteur de chute, etc.). Par conséquent, elle ne peut pas être exprimée directement comme une caractéristique intrinsèque du produit, définie à partir d'un seul test et par une seule grandeur.

La mesure de coulabilité, quel que soit le moyen employé, est donc très souvent utilisée dans un objectif qualitatif, pour comparer des produits entre eux. Carr (1965) a été le premier à s'intéresser au classement des poudres en fonction de leurs propriétés d'écoulement. Ayant constaté qu'une estimation de la coulabilité d'une poudre ne pouvait pas être réalisée par un seul appareil, il a développé une méthode consistant à évaluer certaines propriétés du matériau et d'attribuer une note à chaque test. Il obtient une note globale, qui permet une classification des poudres entre elles.(Tableau 14).

Coulabilité et performances	Angle de talus (cf. 3.4.1.1.1)		Compressibilité (cf. 3.4.1.1.2)	
	degrés	points	%	Points
Excellent 45 à 50 points	24	25	5	25
	26-29	24	6-9	23
	30	22.5	10	22.5
Bon 40 à 44 points	31	22	11	22
	32-34	21	12-14	21
	35	20	15	20
Moyen 35 à 39 points	36	19.5	16	19.5
	37-39	18	17-19	18
	40	17.5	20	17.5
Passable 30 à 34 points	41	17	21	17
	42-44	16	22-24	16
	45	15	25	15
Mauvais 20 à 29 points	46	14.5	26	14.5
	47-54	12	27-30	12
	55	10	31	10
Très mauvais 10 à 19 points	56	9.5	32	9.5
	57-64	7	33-36	7
	65	5	37	5
Très très mauvais 0 à 9 points	66	4.5	38	4.5
	67-89	2	39-45	2
	90	0	> 45	0

Tableau 14 : Classification de la coulabilité des poudres (d'après Carr, 1965)

Teunou (2003) a identifié les différentes caractéristiques qui influencent la coulabilité d'un matériau pulvérulent (Tableau 15).

Propriétés des particules	<ul style="list-style-type: none"> • composition (type de produit) • densité • taille / forme • rugosité de la surface • frottement de surface • compressibilité (dureté, élasticité) • teneur en eau • lubrification de la surface (due à la présence d'eau et/ou de matière grasse) • propriétés électriques (conductivité, capacité, propension au chargement électrostatique)
Propriétés des poudres	<ul style="list-style-type: none"> • distribution granulométrique • densité apparente • homogénéité • niveau d'attrition • compressibilité • cohésion (tendance à l'agglomération) • coefficient de frottement interne • coefficient de frottement aux parois
Facteurs intrinsèques	<ul style="list-style-type: none"> • température • humidité relative de l'air • niveau de compression • ségrégation • agent antiagglomérant
Facteurs extérieurs	<ul style="list-style-type: none"> • débit d'alimentation • vibration • dimension/design des appareils de manutention • aides mécaniques au déchargement

Tableau 15 : Caractéristiques et facteurs influant sur la coulabilité d'un matériau pulvérulent (Tenou, 2003)

3.4.1.1.1. Angle de talus

L'angle de talus (ou angle de repos) est une méthode de mesure angulaire qui évalue la limite de rupture avant écoulement d'un empilement (tas) de produit pulvérulent. Il existe plusieurs méthodes, qui amènent à des résultats différents et difficilement comparables entre eux pour évaluer cet angle. La Figure 39 illustre quelques-unes de ces méthodes.

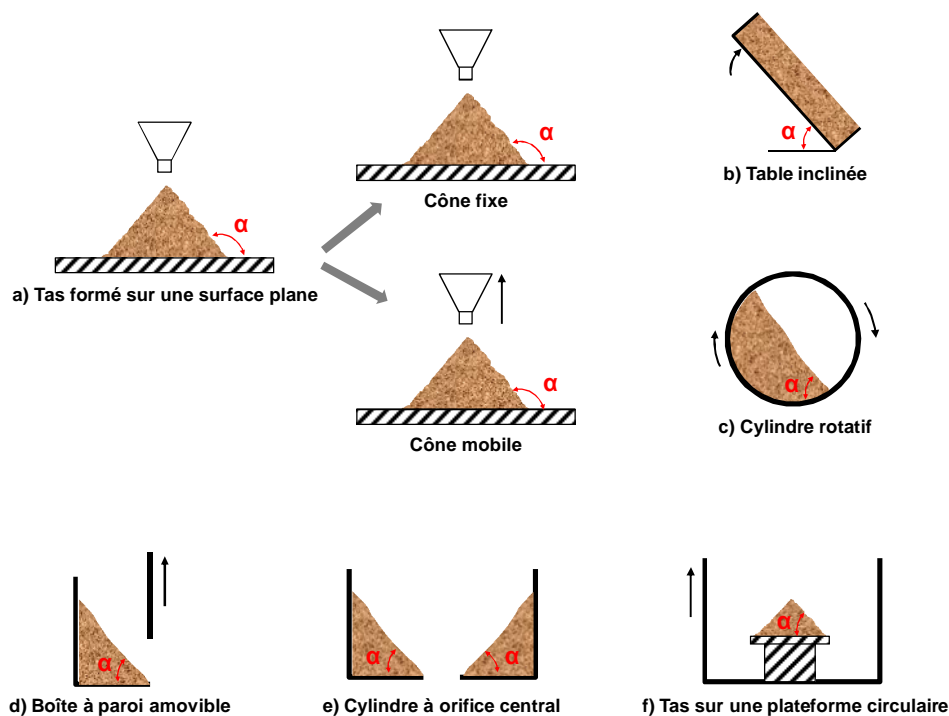


Figure 39 : Méthodes de mesures de l'angle de talus

Parmi les dispositifs ci-dessus, la méthode a) avec un cône fixe ou mobile est la plus couramment utilisée dans la profession de l'alimentation animale pour sa simplicité de mise en œuvre et parce qu'elle dépend peu de l'action de l'opérateur.

Condotta (2005), par une série d'expérimentations mettant en jeu des échantillons de poudres organiques de différentes granulométries a démontré la forte dépendance entre cette dernière et l'angle de talus (méthode a). Il conclut ainsi de la représentativité de cette méthode de mesure pour une mesure qualitative de la cohésivité de matériaux pulvérulents. Les travaux de Geldart et al. (2006) ont mené à des conclusions similaires et ont, de plus, mis en évidence une forte corrélation entre l'angle de talus et la compressibilité des poudres. Ils préconisent, cependant, la première méthode pour sa facilité de mise en œuvre.

3.4.1.1.2. Compressibilité : rapport de masses volumiques

La masse volumique d'un produit quelconque est le rapport de la masse de produit sur le volume occupé. Dans le cas d'une poudre, le volume occupé est égal à la somme des volumes de la poudre et de l'air qui est dans les interstices des particules qui forment le

matériau. Or, un matériau pulvérulent est compressible et le volume des espaces entre les particules diminue avec le " tassement " du produit. Un tel produit est caractérisé par plusieurs masses volumiques :

- la masse volumique versée ou apparente: valeur mesurée en versant une poudre dans une éprouvette graduée,
- la masse volumique tassée : valeur mesurée sur poudre versée dans une éprouvette puis soumise à des vibrations ou des coups pour la tasser autant que possible. Il est aussi possible de faire subir à la poudre une compression directe. Dans ce dernier cas, les valeurs obtenues sont plus importantes (Brown et Richards, 1970).

Le rapport de ces masses volumiques donne une indication sur l'état de frictions interarticulaires du produit testé, et donc de sa compressibilité. Celle-ci étant directement liée à la capacité d'écoulement du matériau pulvérulent, ces indices peuvent constituer une échelle de coulabilité des produits. La compressibilité peut être exprimée directement ou en pourcentage.

$$\text{compressibilité} = \frac{\rho_{\text{tassée}} - \rho_{\text{versée}}}{\rho_{\text{versée}}}$$

Guo et al. (1984) ont montré expérimentalement, sur quinze poudres monomorphes différentes (polyéthylène), une décroissance de la masse volumique apparente (versée) lorsque la forme des particules qui forment le pulvérulent s'éloigne de la sphère.

3.4.1.2. Pulvéulence ou comportement de dissémination (ou émissivité)

La pulvéulence (ou émissivité) d'un produit manutentionné est sa propension à générer de la poussière pendant son transfert. Cette caractéristique joue un rôle *a priori* très important sur les mouvements de particules et les dépôts de particules fines dans les lignes de fabrication. La pulvéulence d'un matériau poudreux dépend en particulier de sa cohésivité, de sa teneur en eau du produit et de sa distribution granulométrique (Plinke et al., 1995). L'essentiel de la littérature sur le sujet met en jeu des chutes verticales de pulvéulents. R. Ansart et al. ont menés des travaux numériques et expérimentaux dans le but de caractériser le panache de produit lors de sa chute verticale (Figure 40) (Ansart, 2009).

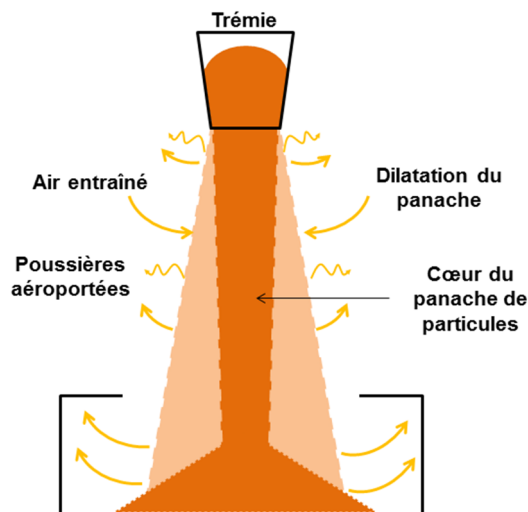


Figure 40 : Schéma des mécanismes mis en jeu lors d'une chute de poudre (d'après Ansart, 2009)

En particulier, ils ont mis en lumière la forme gaussienne de la distribution de la vitesse verticale du panache, son " écrasement ", la nette diminution de la vitesse verticale maximale (valeur absolue) avec l'augmentation de la hauteur de chute. Enfin, les vitesses de chute des particules plus faibles (environ 0,5 m/s) aux frontières du panache témoignent de la désolidarisation des particules les plus fines, alors peu sensibles au flux de particules et sujettes aux écoulements d'air aux abords du panache. D'autre part, des mesures granulométriques sur un rayon du panache de chute (87 cm au-dessous de la trémie) ont montré la ségrégation des particules les plus fines à l'extérieur du panache de produit (Ansart, 2007).

Le comportement lors de la vidange d'un produit pulvérulent par l'élévateur à godets peut s'apparenter, dans une certaine mesure, à une chute verticale. En effet, c'est au cours de la jetée du produit que la ségrégation des particules les plus fines à l'extérieur du flux de produit est la plus évidente.

Il existe plusieurs moyens pour évaluer la pulvérulence d'un produit (Hamelmann et Schmidt, 2005). Cependant cette caractéristique est fortement dépendante de la manière dont ce dernier est sollicité. Par conséquent, ces différentes méthodes sont essentiellement (voire exclusivement) mises en œuvre dans un objectif de comparaison qualitative de plusieurs

produits poudreux. Dans le secteur agro-alimentaire, le tambour rotatif d'Heubach est couramment utilisé (p128).

3.4.2. Mise en suspension d'aérosols pendant la manutention

Au cours de leur manutention par un élévateur à godets, certaines particules fines (inférieures à 200 μm) se désolidarisent de la matrice de l'aliment (ségrégation). Schoffield (1981), en particulier, identifie plusieurs procédés de manutention de poudres susceptibles de générer des aérosols.

Une fois mises en suspension, ces particules poussiéreuses sont sous la forme d'un aérosol. Elles sont alors soumises aux flux d'air et aux phénomènes de proche-paroi, à l'origine des transferts inter lots de micro-ingrédients. Dans le cas de la présente étude, ce phénomène se retrouve essentiellement en pied et en tête d'élévateur, respectivement au cours des processus d'alimentation et de vidange.

Les mécanismes qui régissent le comportement et l'évolution de l'aérosol dans le système dépendent essentiellement des propriétés physiques du produit transféré mais aussi des particules elles-mêmes et des caractéristiques du fluide dans lequel elles évoluent.

Ces mécanismes peuvent être classés en deux grandes catégories : les phénomènes agissant sur le transport des aérosols et ceux qui jouent un rôle important sur les dépôts de particules fines.

Dans la première famille, on peut citer l'effet d'inertie, la diffusion turbulente et la sédimentation (les phénomènes de diffusion brownienne, de coagulation et de condensation sont considérés comme négligeables car ils concernent des particules inférieures au micromètre, très peu nombreuses dans le cas de cette étude). En ce qui concerne les processus influents sur les dépôts, la thermophorèse, l'adhésion à la paroi et le décolmatage peuvent être identifiés. D'ailleurs, Hermon (2011) par une étude expérimentale sur un élévateur à godets a mis en évidence l'impact d'un gradient de température entre la paroi et l'intérieur du système sur la quantité des dépôts après le passage d'un lot.

Les mécanismes identifiés sont brièvement détaillés ci-dessous :

- **L'effet d'inertie d'une particule dans l'air :** lors du transport de matériaux pulvérulents, l'impact de particules sur les parois résulte de leur inertie, qui les empêche de suivre les lignes de courants des flux d'air dans le système lors d'une variation rapide de direction. Dans le cas dans l'élévateur à godets, l'effet d'inertie peut apparaître sous trois formes différentes (Figure 41).

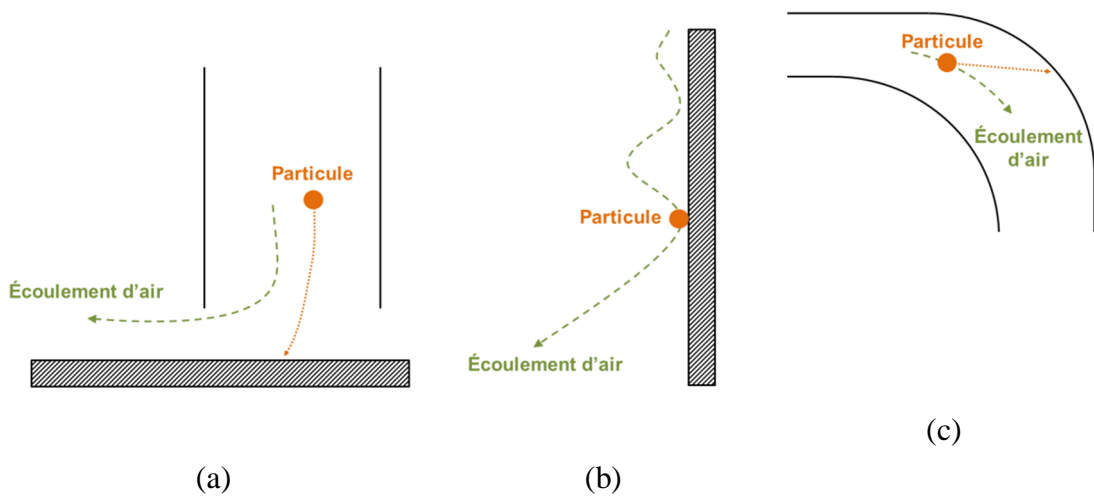


Figure 41: Mécanismes de l'effet d'inertie – impaction (a), turbulence (b), centrifugation (c)

L'impaction (a) peut prendre place dans les tuyaux d'évacuation et/ou au niveau de la liaison d'équilibre des pressions entre les brins, lorsqu'elle est présente. Le second mécanisme, la turbulence (b), concerne essentiellement les dépôts sur les parois - verticales - de l'élévateur ou sur la sangle. Dans ces situations, ce mécanisme dépend principalement de la vitesse du fluide qui entraîne la particule, ainsi que de ces caractéristiques physiques (masse volumique, taille, forme,...). Enfin, la centrifugation (c) s'exprime principalement lors de la jetée du produit, en tête de l'élévateur. La vitesse de la particule correspond alors à sa vitesse propre.

- **La diffusion turbulente :** elle se produit lorsque les particules traversent la couche limite turbulente le long des parois. Ce phénomène concerne une plage granulométrique faible (inférieure à 100 μm) qui dépend de la masse volumique du produit transféré, des

dimensions de l'appareil, du Reynolds de l'écoulement (turbulence) et du temps de passage du produit aux abords de la paroi considérée.

- **La thermophorèse (ou précipitation thermique) :** c'est la conséquence d'un gradient de température de l'air dans lequel s'écoule le produit. Ce dernier fait varier les quantités de mouvement des particules pouvant conduire à un impact entre 2 particules ou contre une paroi, sur laquelle la particule peut se déposer.

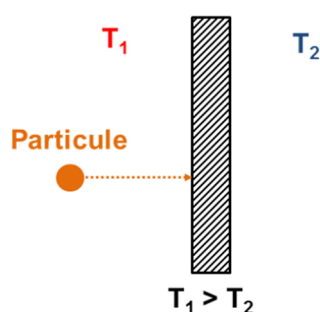


Figure 42 : Schéma du mécanisme de thermophorèse

Ceci, dans le cas de l'élévateur à godets peut se produire au niveau des zones d'échauffement, au niveau de la poulie de tête en particulier. La poulie de pied de type " cage d'écureuil " semble *a priori* moins sujette à ce phénomène.

- **La sédimentation :** lorsque que la taille d'une particule est suffisamment grosse pour ne plus être sensible au mouvement brownien, elle adopte une trajectoire dépendant des forces qui agissent sur elle. Celle-ci peut être prédite en résolvant l'équation d'équilibre des forces. Dans le cas de cette étude, ce mécanisme apparaît essentiellement pour le reflux dans le brin descendant.
- **L'adhésion à la paroi :** les mécanismes d'adhésion des particules à la paroi dépendent à la fois des caractéristiques du produit (forme, taille, teneur en matière grasse, teneur en eau...), de la nature de la surface de la paroi (rugosité, propreté...) et des conditions environnantes (température, humidité, vitesse d'impact...).
- **Le décolmatage (ou décrochement par réentraînement):** le principal mécanisme mis en jeu pour le décolmatage des particules est la force de traînée qui est causée par l'écoulement d'air aux abords de la paroi. Le décollement des particules d'une paroi est

d'autant plus difficile que les particules sont fines (Hermon, 2011). La capacité qu'une particule aura à se détacher d'une paroi dépendra de ses caractéristiques physiques (diamètre) et de celles de l'air environnant (vitesse, viscosité).

3.5. Synthèse de l'étude bibliographique

L'industrie de fabrication d'aliments pour animaux utilise des assemblages complexes de matières premières pulvérulentes. Leur spectre granulométrique est très large (de moins de 100 μm à 1cm) et leur forme évolue grandement au cours de la fabrication, jusqu'aux granulés expédiés aux éleveurs. Pour répondre aux besoins de ces derniers (et par extension, du consommateur) en termes de quantité et de qualité, l'incorporation d'additifs et de produits médicamenteux (sous prescription vétérinaire) dans les formules est devenue indispensable. Cependant, du fait d'une part de l'utilisation des mêmes lignes de production pour la fabrication d'aliments destinés à plusieurs espèces, à des stades de croissance différents, et d'autre part du comportement particulier des matériaux pulvérulents pendant leur manutention, le transfert de matières premières d'un lot aux suivants est reconnu comme inévitable. Lorsque ce phénomène concerne des micro-ingrédients (additif ou médicamenteux), le terme de contamination croisée est utilisé, soulignant de fait les conséquences néfastes qu'il peut éventuellement entraîner sur l'animal.

Ce processus est aujourd'hui pris en compte par la législation, nationale et européenne, et oblige les industriels à mesurer, contrôler et réduire au maximum le taux de contamination croisée de leurs lignes de fabrication. Plusieurs études expérimentales, sur sites industriels ou en laboratoire, ont mis en évidence le rôle important de l'élévateur à godets situé juste après le mélangeur dans l'augmentation de ce taux. Cet appareil de manutention permet l'ascension continue de produits pulvérulents est largement utilisé pour la fabrication d'aliments pour animaux. Celle-ci est totalement justifiée, essentiellement pour son faible coût énergétique (par rapport au transport pneumatique). Leur conception est réalisée à partir de connaissances empiriques souvent issues d'industries connexes (meunerie par exemple). De plus, du point de vue des dépôts de produits et de la mise en suspension d'aérosols à l'origine des contaminations croisées, ce mode de transfert présente plusieurs points critiques, en particulier au niveau du pied et de la tête.

Enfin, des liens de causes à effets entre les écoulements d'air dans le système, les particules poussiéreuses désolidarisées de la matrice du produit et les phénomènes de transferts inter-lots ont été identifiés.

L'objectif principal de cette étude est donc de comprendre le comportement de ces particules fines, libérées pendant la manutention d'un mélange homogène de matières premières de l'alimentation animale et le lien qui existe avec le phénomène de transfert inter-lots de micro-ingrédients.

Deuxième partie

Matériels et méthodes

4. Matériel et méthodes

Cette partie décrit la démarche mise en œuvre pour d'une part, étudier l'influence des paramètres de l'élévateur à godets sur le transfert inter-lots de micro-ingrédients, et d'autre part, comprendre les mécanismes, liés aux mouvements d'air et à la génération d'aérosols, qui entrent en jeu dans ce phénomène.

Pour cela une station d'essais a été conçue, un produit de référence a été élaboré et des protocoles d'expérimentation, sur pilote et sur sites industriels, ont été mis en place. De plus, les essais réalisés suivent un plan d'expériences, dans le but de mettre en évidence les facteurs procédés influents sur les processus de contaminations croisées, et de quantifier leurs effets. Ensuite, un dispositif expérimental pour réaliser des mesures de champs de vitesses pendant le processus de vidange a été installé au niveau de la tête de l'élévateur à godets dans le but de comprendre les liens éventuels entre les déplacements d'air et des particules fines dans le système et les transferts inter-lots. Enfin, les méthodes laboratoires utilisées pour les mesures des caractéristiques physiques des échantillons sont décrites.

4.1. Description du banc d'essais

4.1.1. L'élève à godets

La variation des facteurs de procédés liés au matériel de manutention apparaît difficilement accessible, lourde et coûteuse par des expérimentations uniquement sur sites industriels (Tecaliman, 2002). En effet, pour réaliser de tels essais, les usines doivent nécessairement bloquer leur production pendant presque une journée. Par conséquent, le nombre d'essais possible est très réduit et il est très difficile d'en réitérer un en cas de doute sur le résultat obtenu ou de volonté de tester la variabilité des mesures. D'autre part, ce type d'expérimentations industrielles nécessite la mise en œuvre d'une quantité importante de produit, augmentant nécessairement le coût d'un essai. Ceci en fait donc un facteur limitant supplémentaire.

Pour répondre à ces contraintes techniques et financières, une station d'essais a été mise au point (Figure 43). Elle est constituée d'un élévateur à godets de type post-mélangeur alimenté par une vis d'Archimède. Le produit est introduit dans la trémie d'alimentation d'où il est évacué par la vis. Il est ensuite élevé jusqu'à sa vidange en tête d'élévateur puis dirigé vers un by-pass¹⁴ à commande manuelle. Celui-ci l'oriente soit vers une autre trémie (trémie de sortie) reliée à la trémie d'alimentation par une trappe mécanique (permettant un fonctionnement en boucle fermée ou de bloquer le produit dans la trémie supérieure), soit vers le tuyau de sortie où il est récupéré dans une benne (fonctionnement en circuit ouvert).

¹⁴ Morceau de tuyauterie qui permet de choisir quel réseau de tuyauterie devra être desservi (tout ou rien). Il peut être commandé manuellement, électriquement ou pneumatiquement.

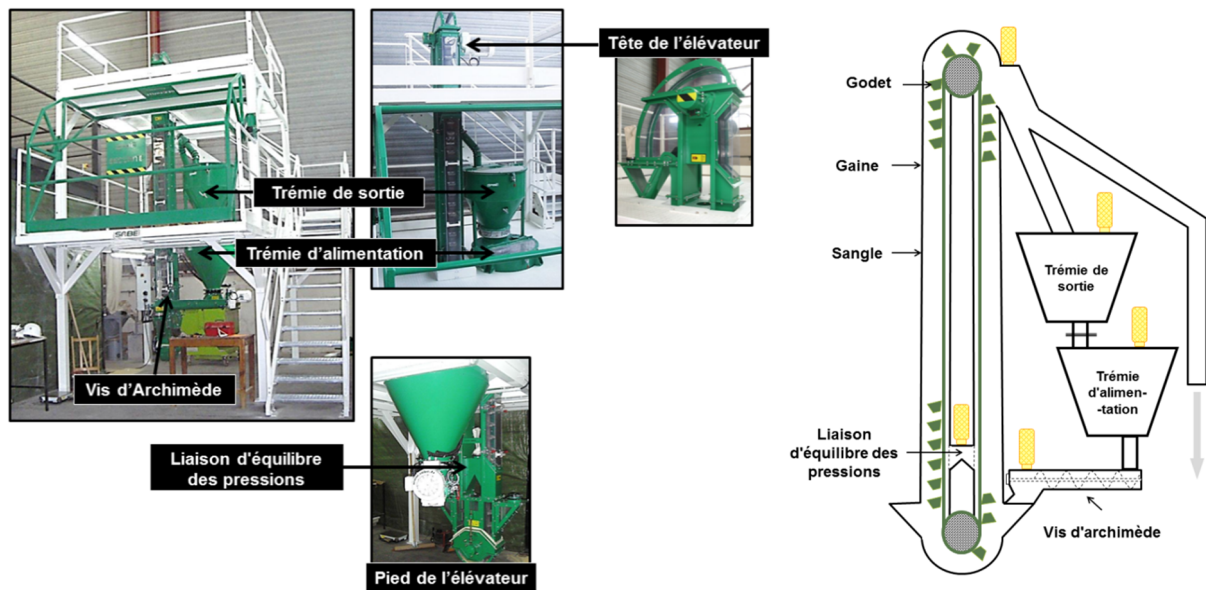


Figure 43 : Station d'essais pilote - photographie et schéma

Les gaines, le pied et la tête de l'élèveateur sont majoritairement construits en plexiglas antistatique, offrant ainsi un maximum de visibilité du produit, en mouvement à l'intérieur du système en fonctionnement. De plus, la plupart des pièces de la station d'essais sont démontables, dans le but de prélever les dépôts sur toute la hauteur de l'élèveateur. En outre, le pilote est entièrement nettoyable, assurant donc de partir d'un même état initial du pilote pour chaque essai.

Dans le but de conserver l'aéraulique du système et d'avoir un comportement similaire du produit dans l'élèveateur, des godets et une sangle industriels ont été choisi (les plus petits qui existaient sur le marché). À partir de là, l'espace disponible entre les godets et la gaine (en position moyenne) a été maintenu, par la conservation du rapport $\frac{\text{espace godet/gaine}}{\text{Largeur godet}}$. D'autre part, afin d'assurer un écoulement de produit identique, les angles des différentes parties inclinées (angles d'alimentation, liaison entre les brins et évacuation du produit en tête de l'élèveateur) et la forme elliptique de la tête ont été conservés. Enfin, la gamme des vitesses accessibles, de la sangle et de la vis, ont été définies de façon à conserver les 3 types de vidanges possibles en tête d'élèveateur décrites dans la littérature : gravitaire, mixte et centrifuge,

Une comparaison des caractéristiques techniques du pilote et de deux élévateurs industriels est réalisée dans le Tableau 19, p 104.

4.1.2. Détermination des paramètres modulables

Afin de définir les paramètres modulables du pilote, une enquête auprès de responsables d'usines d'aliments composés et de fabricants de matériel de manutention a été effectuée. Celle-ci a abouti à la construction du " diagramme décisionnel " utilisé par les industriels de l'alimentation animale pour la conception d'un élévateur dans une usine de fabrication, à partir des contraintes de l'usine en termes de débit, de produit et d'espace disponible (Figure 44).

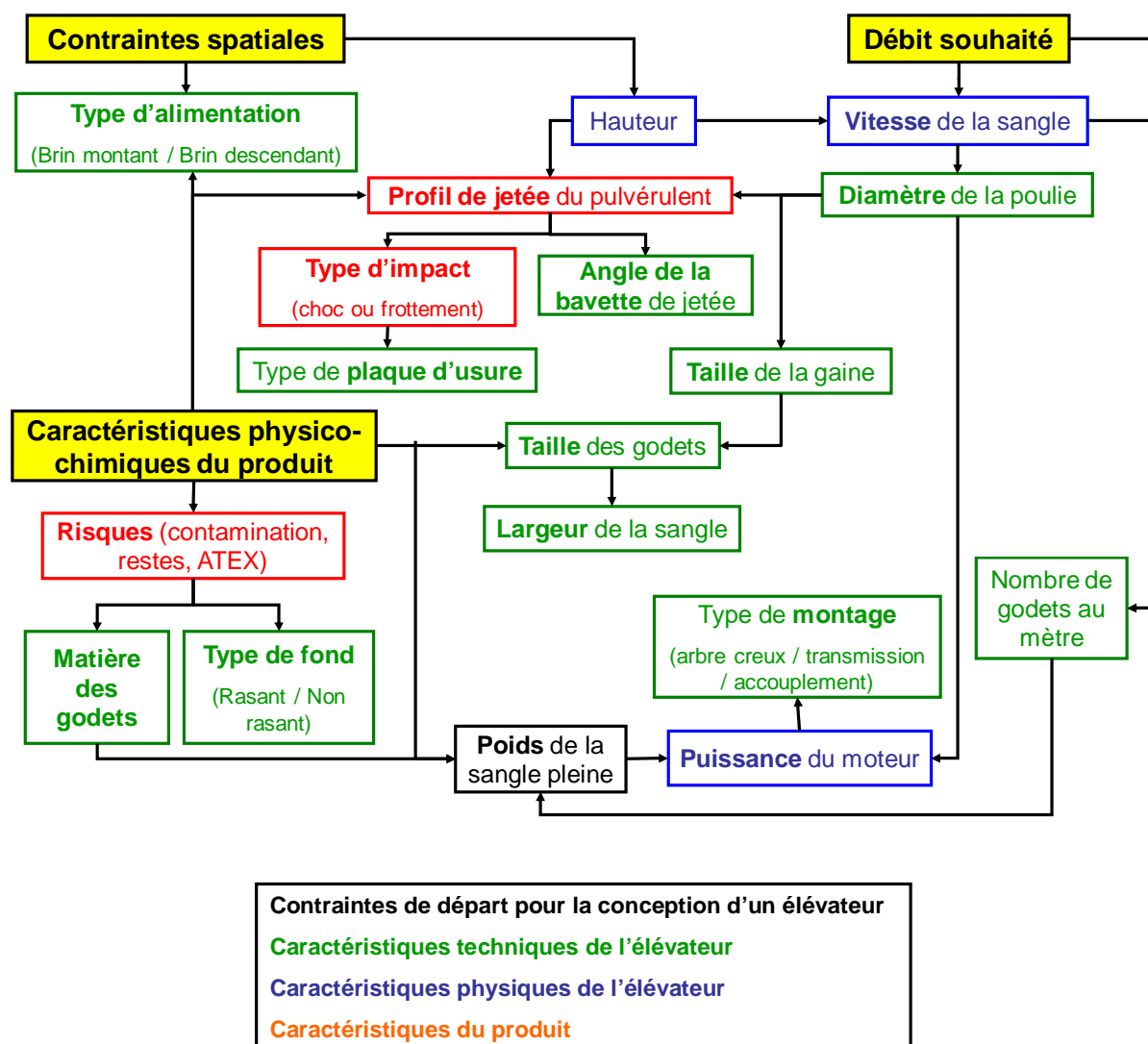


Figure 44 : Diagramme décisionnel pour la conception d'un élévateur à godets dans l'industrie de fabrication d'aliments pour animaux

Ce diagramme a permis d'identifier les paramètres sur lesquels les professionnels de la fabrication d'aliments pour animaux peuvent agir. Ils peuvent être regroupés en trois grands types :

- les paramètres sur lesquels le fabriquant peut agir directement dans son usine (vitesse linéaire de la sangle, débit d'alimentation, angle de la bavette de jetée),
- les paramètres modifiables sur un élévateur (nombre de godets au mètre, espace entre la gaine et les godets),
- les paramètres définis au moment de la conception de l'élévateur (type d'alimentation - brin montant ou brin descendant, position de la liaison d'équilibre entre les 2 brins, position des manches de décompression).

D'autre part, une position " standard " du pilote a été définie. Elle correspond aux pratiques de la majorité des usines, obtenues à partir d'un questionnaire (annexe 2) envoyé aux fabricants d'aliments français.

Enfin, un dispositif a été mis en place sur cette station d'essais dans le but de récupérer les particules qui refluent dans le brin descendant et de les qualifier en termes de masse et de concentration en traceur. La Figure 45 est un schéma explicatif du fonctionnement de ce dispositif.

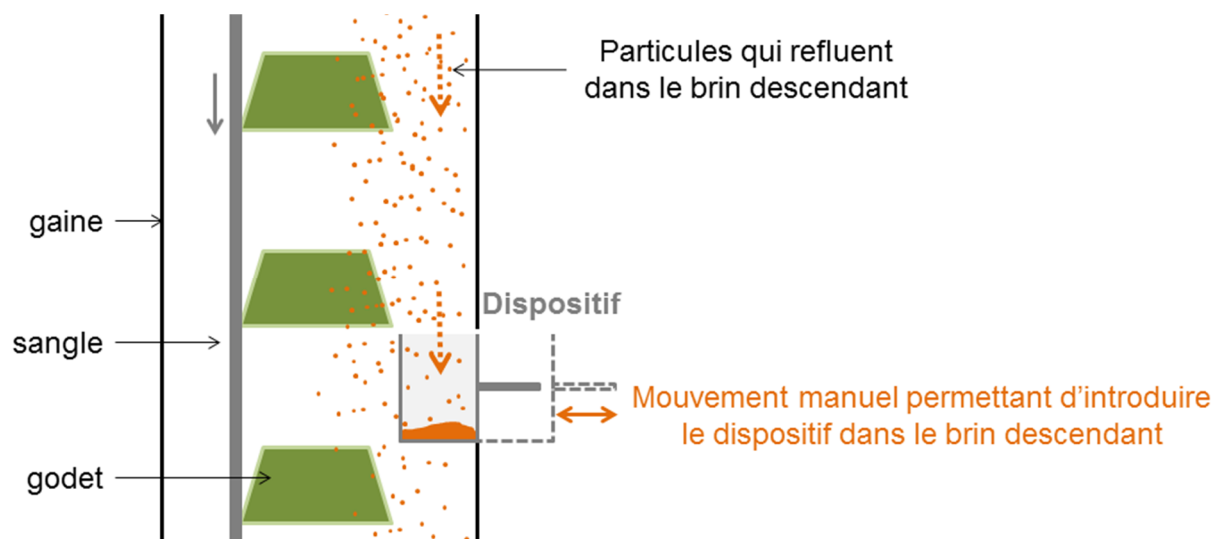


Figure 45 : Dispositif de récupération du reflux dans le brin descendant

Après un essai " traceur ", le lot est récupéré, puis est réintroduit dans le circuit, fonctionnant en boucle fermée. Une fois que le système est " stabilisé ", le dispositif de récupération des particules dans le brin descendant est introduit pendant 5 secondes. L'échantillon est récupéré et cette opération est réalisée 7 fois. Le choix du temps de récupération et le nombre de répétition a été établi de façon à obtenir une masse suffisante pour la pesée et les analyses des échantillons les plus petits (où le reflux est le moins important).

4.2. Élaboration d'un produit de référence (ou produit modèle)

Les formules des aliments produits par une même usine évoluent constamment au cours de l'année, en fonction des matières premières disponibles et des demandes des éleveurs. En outre, il aurait été impossible de conserver un aliment pendant toute la durée des essais sans qu'il ne se dégrade. Un produit de référence a donc été créé dans le but de conserver un produit constant, dont les caractéristiques physico-chimiques sont maîtrisées, pour l'ensemble de cette étude.

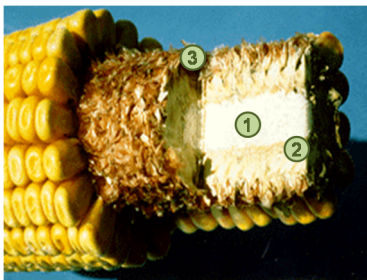


Figure 46 : Épis de maïs – 1) cœur de la rafle, 2) ceinture ligneuse, 3) périphérie

Le produit de référence est élaboré à partir d'un mélange de rafles de maïs broyées (Figure 46). La partie dure de la rafle (ceinture ligneuse) est concassée pour former des particules calibrées plus ou moins fines appelées grits. Les particules les plus fines issues de cette ceinture ligneuse, sont utilisées entre autres dans l'industrie de fabrication des miroirs pour leur polissage. La partie périphérique de la rafle est broyée et transformée en litière pour animaux de compagnie.

Le diamètre médian du produit est proche de 500 μm , ce qui correspond à la moyenne des aliments composés (Figure 47). Dans un premier temps, ce produit a été testé sur le pilote et comparé ensuite à 3 aliments (aliment porc, aliment lapin et aliment poulet) choisis au hasard. Les résultats ont mis en évidence la trop forte tendance du produit de référence à

libérer des particules fines. Ceci étant dû à la faible cohésivité entre les particules qui le composent. Il a donc été décidé d'incorporer de l'huile au mélange de grits. Les caractéristiques physiques du produit modèle modifié sont décrites dans le Tableau 16.

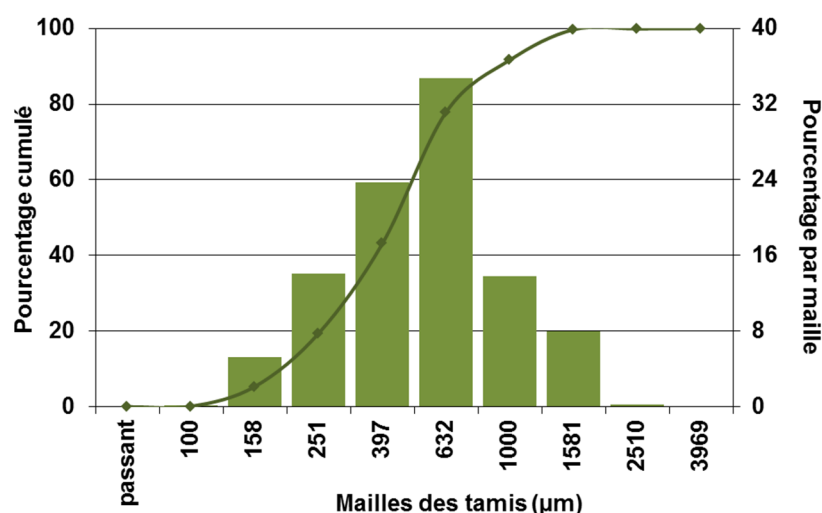


Figure 47 : Distribution granulométrique en masse, du produit de référence – base de données Tecaliman

	Produit de référence	Aliment porc	Aliment lapin	Aliment poulet
d₅₀ en masse* (tamisage) - µm	531,2	592,6	716,6	510,8
Indice d'Hausner* ($\rho_{\text{tassée}} / \rho_{\text{apparente}}$)	1,1	1,1	1,1	1,2
Angle de talus par éboulement* (°)	53,9	54,3	62,8	62,4

Tableau 16 : Principales caractéristiques physiques d'un échantillon de produit de référence et de 3 aliments pour animaux - * voir p 125 (méthodes de mesure des caractéristiques physiques des aliments)

Le mélange des différents grits est opéré avec une mélangeuse à pâles pilote (Figure 48). L'huile est incorporée simultanément par une colonne de pulvérisation (Figure 49), de façon à obtenir une répartition homogène de la matière grasse dans le lot ainsi créé.



Figure 48 : Mélangeuse à pâles pilote

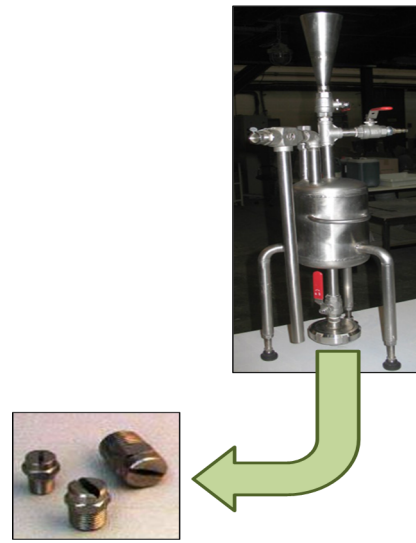


Figure 49 : Colonne et buses de pulvérisation

Un test d'homogénéité de la répartition de l'huile dans le mélange a été réalisé : une fois le produit mélangé, il est récupéré dans un bac. Sa surface est ensuite arasée, de façon à être relativement plane. Un quartage de 10 échantillons est pratiqué sur la partie supérieure du bac (Figure 50). Puis, celle-ci est évacuée et la même opération est répétée sur sa partie inférieure. Seuls 10 des 20 échantillons prélevés sont analysés (5 sur la couche supérieure et autant sur la couche inférieure). La Figure 51 expose le taux d'huile dans chacun des échantillons analysés.

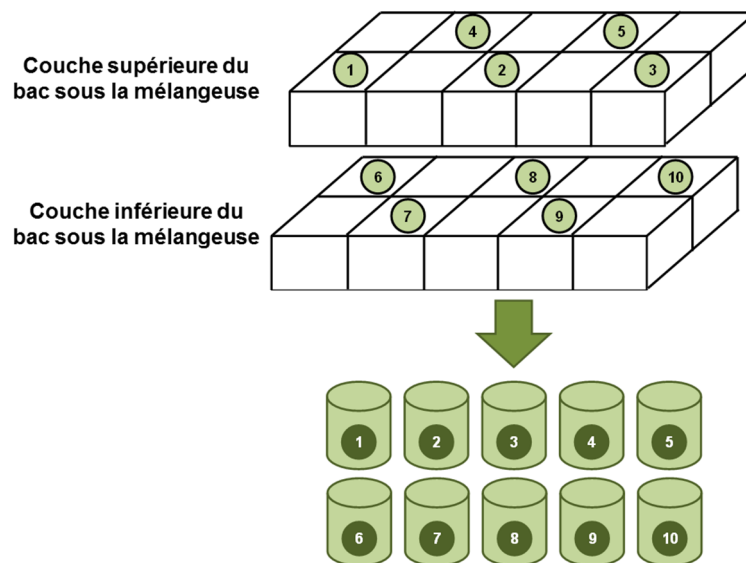


Figure 50 : Schéma de la méthode de quartage utilisée pour vérifier l'homogénéité de la répartition de l'huile dans le produit de référence

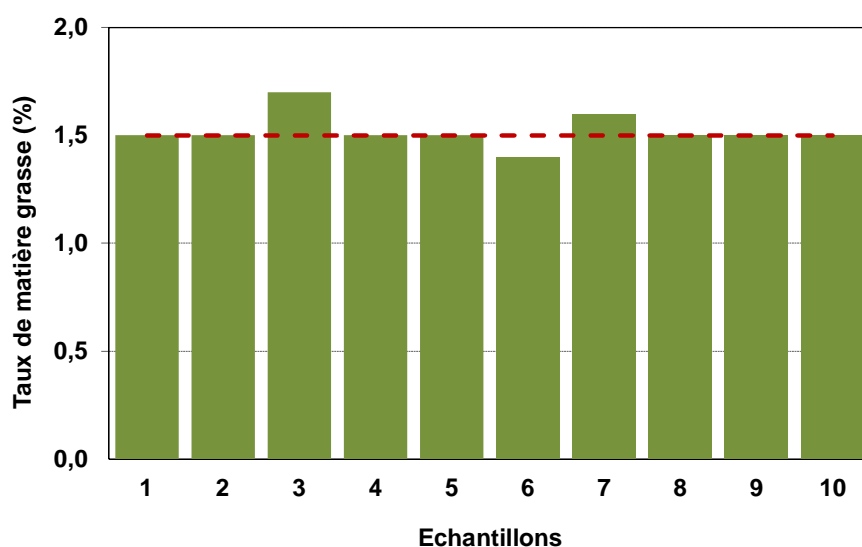


Figure 51 : Homogénéité de la répartition de l’huile dans le produit de référence

4.3. Méthodes expérimentales

4.3.1. Traceur utilisé

Conformément aux préconisations du guide des bonnes pratiques de l’alimentation animale, le traceur utilisé pour tous les essais est le microtraceur RF Blue Lake. C'est un traceur externe (non utilisé dans les recettes de fabrication d'aliments pour animaux), constitué de particules de fer sur lesquelles est fixé un colorant alimentaire bleu (Blue brillant) à l’aide de gomme arabique. Le Tableau 17 décrit ses caractéristiques physiques.

$\rho_{apparente}^*$	$\rho_{tassée}^*$	I_H^*	ATE* 20 mm (angle de talus par éboulement)	d_{50}^* (granulométrie laser en voie sèche, en masse)
2754,2 g/L	3131,9 g/L	1,1	38,1°	92,0 μ m

Tableau 17 : Caractéristiques physiques du microtraceur RF Blue Lake - * voir p 125

Son diamètre médian de l'ordre de 100 μ m le situe dans la partie fine du produit de référence (Figure 47 p.97). De plus, il est compris dans la gamme granulométrique des additifs utilisés pour la fabrication d'aliments pour animaux (de 7 à 900 μ m environ).

Bien que sa masse volumique soit très supérieure à celles des additifs, cette caractéristique ne rentre peu, voire pas, en jeu dans les mécanismes de mouvements des

aérosols. Enfin, il offre une grande facilité de traitement et d'analyse des nombreux échantillons de cette étude, à un coût réduit.

Ainsi, même s'il ne peut pas rendre compte du comportement de tous les additifs de cette industrie, il reste un traceur très satisfaisant pour la qualification des procédés de manutention.

4.3.2. Déroulement des essais sur le pilote

La méthode classique pour l'évaluation des transferts inter-lots de micro-ingrédients sur site industriel nécessite l'ouverture du système en fonctionnement pour prélever les échantillons. Par conséquent, les flux d'air (et donc d'aérosols) sont modifiés. Afin d'éviter ceci, le protocole sur pilote est non intrusif. C'est-à-dire qu'il ne perturbe pas le système pendant son fonctionnement.

Le phénomène de transfert inter-lots peut se décomposer en deux étapes :

- Le **dépôt** de produit pendant le passage du lot n
- La **récupération** par le lot n+1 du produit déposé par le lot n

Afin de déterminer les caractéristiques liées à ces deux phases, le protocole d'essais les considère séparément. Une expérimentation est alors composée de 2 sous-essais : " Traceur " (Tr) et " Traceur + Collecteur " (Tr+C).

4.3.2.1. Essai " Traceur "

Cet essai a pour finalité de montrer la tendance du produit à déposer des reliquats au cours de son transfert dans l'élévateur à godets.

Un lot de 50 kg de produit de référence concentré à 250 ppm de microtraceur RF Blue Lake, soit 12,5 g, est introduit dans la trémie d'alimentation. Pour des raisons de maîtrise des conditions initiales, la station d'essais est systématiquement nettoyée avant chaque essai. Cependant, cet état de propreté n'est absolument pas représentatif des usines de la profession. Aussi, dans le but de recréer au mieux les conditions usine, le lot traceur effectue trois passages dans l'élévateur avant d'être évacué dans une benne, par le tuyau de sortie.

4.3.2.2. Essai " Traceur + Collecteur "

L'essai " Traceur + Collecteur " permet de mettre en évidence la capacité du produit à ramasser les dépôts déjà présents sur les parois et dans les zones mortes de l'élévateur à godets.

Deux lots de 50 kg de produit de référence sont fabriqués. Dans le premier, 12,5 g de microtraceur sont incorporés (250 ppm) pour constituer le lot traceur. Celui-ci est introduit dans la trémie d'alimentation et effectue trois passages dans le système avant d'être évacué dans une benne (identiquement à l'essai " Traceur "). Le lot collecteur (sans microtraceur) passe juste après, une seule fois, dans l'élévateur puis est récupéré dans une seconde benne à sa sortie.

4.3.3. Déroulement des essais sur sites industriels

Les lignes de fabrication choisies pour les essais industriels sont celles de deux usines volontaires, notées A et B. Les aliments et les caractéristiques du matériel de manutention sont imposés et aucune modification du procédé n'a pu être réalisée. Par conséquent, la comparaison des résultats sur site avec un aliment et sur pilote, avec le produit de référence ne semble pas très pertinente. Il a donc été décidé de récupérer, dans chaque usine, 600 kg de l'aliment fabriqué pour les essais. De nouvelles expérimentations sur pilote ont ensuite été faites, avec le même aliment et dans des positions de paramètres de procédés considérées comme similaires.

Dans chaque cas, la portion de la ligne de fabrication considérée comprend le mélangeur et l'élévateur en sortie. Le traceur (microtraceur RF Blue Lake) est introduit directement dans le mélangeur, au-dessus de l'aliment. La concentration des lots est identique à celle des essais sur pilote : 250 ppm. Pour le reste, les pratiques usuelles de fabrication des usines ont été conservées.

Afin de palier à quelques problèmes liés aux nombreuses inaccessibilités des installations, le protocole de ces essais présente quelques adaptations par rapport à celui élaboré pour le pilote :

- Tout d'abord, le nettoyage complet de l'élévateur est impossible à réaliser. Ainsi, seules les zones de prélèvement sont aspirées avant chaque essai. De ce fait, une dissolution de masse est inévitable lors du passage du lot traceur. Pour avoir une concentration de 250 ppm à la sortie du mélangeur, il est nécessaire de produire deux lots traceurs successifs, et de considérer uniquement le second.
- D'autre part, compte tenu de la taille importante des lots (trois à cinq tonnes), un échantillonnage global n'a pu être mis en place. Pour le remplacer, 30 échantillons ont été prélevés, à intervalles de temps réguliers, au cours du passage des lots, puis regroupés pour en former un seul, représentatif de l'ensemble du lot. Cette opération a été répétée pour chaque charge d'aliment, à la sortie du mélangeur puis à la sortie de l'élévateur à godets. Les concentrations globales des lots avant et après passage dans l'élévateur sont alors connues.

Les caractéristiques respectives des aliments utilisés sont décrites dans le Tableau 18. À titre comparatif, celles du produit de référence sont aussi indiquées. Les aliments utilisés présentent des différences importantes qui ont *a priori* un impact direct sur les dépôts générés pendant leur transfert dans l'élévateur. Leurs formules complètes sont détaillées dans l'annexe 3.

	Produit de référence	Usine A	Usine B
Nom de l'aliment	Produit modèle	Porc charcutier	Poulet abattage
Diamètre médian en masse d50 (μm)*	531,2	624,0	1284,9
% (en masse) de particules fines < 200 μm (%)*	19,4	24,7	8,6
% (en masse) de particules fines < 125 μm (%)*	5,4	16,6	2,7
Masse volumique apparente* $\rho_{\text{apparente}}$ (g/L)	485	606	670
Masse volumique tassée* $\rho_{\text{tassée}}$ (g/L)	528	696	755
Indice d'Hausner*	1,09	1,15	1,13
Compressibilité** (%)	8,8	14,9	12,7
Coulabilité** (Indice de Carr)	moyenne (36 points)	mauvaise (27 points)	mauvaise (28 points)
Angle de talus par éboulement – ATE (degrés)	53,9	60,1	57,6
Émissivité* (mg/50g)	34,2	4,1	0,3
Teneur en huile ajoutée (%)	huile de tournesol : 1,5 %	huile de palme : 0,5 %	huile de palme : 1,1 % huile de soja : 0,6 %

Tableau 18 : Caractéristiques des aliments utilisés pour les essais de validation sur sites industriels

* voir p 125, **voir p 81

Les caractéristiques techniques des élévateurs des usines A et B sont décrites dans le Tableau 19, ainsi que celles du pilote, à titre de comparaison.

Caractéristiques techniques	Pilote	Usine A	Usine B
Hauteur (distance entre les centres des poulies de tête et de pied)	6 m	36 m	31 m
Diamètre des poulies	250 mm	450 mm	500 mm
Nombre de godets au mètre	8	7	6
Type d'alimentation	vis	vis	transporteur à chaîne
Côté de l'alimentation	modulable	brin montant	brin descendant
Débit d'alimentation	1 à 2 t/h	30 t/h	45 à 50 t/h
Débit de l'élévateur	1 à 2 t/h	30 t/h	55 t/h
Vitesse linéaire de la sangle	1 à 2 m/s	2,0 m/s	2,1 m/s
Type de pied	fond rasant	non rasant	fond rasant
Système d'aspiration des particules fines	non	oui	non
Espace entre la face avant des godets et la gaine	32,5 mm 42,5 mm 57,5mm	90 mm	90 mm
Dimension des godets (longueur x largeur x profondeur)	85 x 80 x 58	265 x 169 x 132 (mm)	285 x 169 x 132 (mm)
Liaisons d'équilibre des pressions entre les brins	liaison à angle : 5 positions possibles	3 liaisons plates réparties sur la hauteur de l'élévateur	une liaison à angle à environ 1/3 de la hauteur à partir du pied
Position de la bavette de jetée	modulable	au plus proche des godets	au plus proche des godets
Mode de vidange	modulable	mixte	mixte

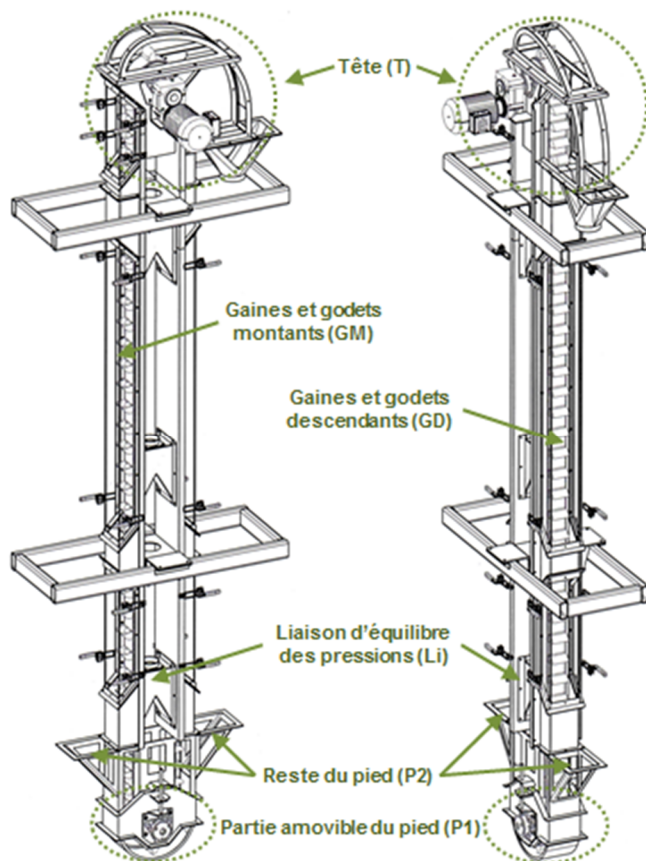
Tableau 19 : Caractéristiques des élévateurs des usines A et B

4.3.4. Données de sortie

Pour chaque essai, après le passage de tous les lots, plusieurs prélèvements et échantillonnages sont pratiqués. Ces données de sortie sont soit des quantités globales qui concernent les lots après essai ou des quantités locales, issues de certaines zones de l'élévateur.

4.3.4.1. Données " locales "

Plusieurs zones de dépôts ont été identifiées (Figure 52) où les dépôts sont prélevés directement (avec un pinceau) ou avec un aspirateur à sac.



Zones		Moyen de prélèvement
P1	Pied	direct
Li	Liaison entre les deux brins	Aspiration
P2	Reste du pied (angles d'alimentation)	
GM	Gaine & godets montants	
GD	Gaine & godets descendants	
T	Tête	
R	Reste de l'élévateur	
Tr+V	Trémie + vis	

Figure 52 : Zones de prélèvements des dépôts après essai

Les sacs de l'aspirateur laissent passer les particules de diamètres inférieurs à 30 μm . Le produit de référence ne contient pas de particules si petites. Les particules qui composent le microtraceur sont à 98 % au-dessus de cette valeur. Cependant, il est nécessaire de prendre en compte que les 2% inférieurs à 30 μm peuvent s'agglomérer à d'autres particules avec l'incorporation d'huile pendant le mélange. Ainsi, la quantité de produit qui passe potentiellement au travers des sacs utilisés est fortement réduite. En effet, les tests de quantification des pertes de produit et de microtraceur liées à l'aspiration puis à la manipulation des sacs ont été réalisés. Ils ont révélé des écarts non significatifs de produit et de microtraceur.

4.3.4.2. Données " globales "

Ces données de sortie concernent les lots dans leur globalité : à l'issue de chaque essai, les lots restants sont pesés puis divisés en deux plusieurs fois avec l'appareil illustré par la Figure 53, jusqu'à l'obtention d'un échantillon de 700g environ.



Figure 53 : Diviseur

Les échantillons obtenus sont appelés échantillons globaux : Global T pour le lot traceur et Global C pour le lot collecteur.

4.3.4.3. Traitement et analyse des échantillons

Les dépôts récoltés par aspiration sont récupérés par une découpe du sac en lamelles (aux ciseaux) puis, par évacuation du produit contenu à l'aide d'un pinceau. Ils sont ensuite pesés avant d'être divisés avec un diviseur à rifles (Figure 54). Cette opération a pour objectif de s'assurer que chaque échantillon contienne une quantité de microtraceur similaire.

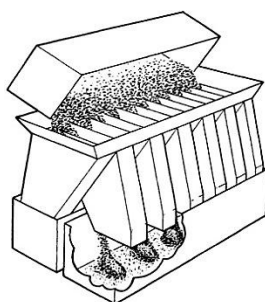


Figure 54 : Diviseur à rifles

La méthode d'analyse de la concentration en microtraceur d'un échantillon se décompose en trois étapes. Tout d'abord, le microtraceur est extrait magnétiquement en milieu humide. Il est ensuite récupéré sur un filtre en nitrate de cellulose 0,8 μm . Ce dernier est mis en solution (45% d'eau distillée, 50 % d'éthanol pur (96%) dénaturé et 5% soude) et agité manuellement pendant 30 secondes afin de dissoudre la gomme arabique enrobant les particules de fer. Pour finir, la densité optique de la solution colorée est mesurée avec un spectrophotomètre UV-visible (Shimadzu) étalonné à 629 nm. La concentration en microtraceur de l'échantillon est déterminée en fonction d'une courbe d'étalonnage. Celle-ci est obtenue à partir de cinq échantillons de produit standard vierges dans lesquelles sont introduites des masses de microtraceur connues.

4.4. La méthode des plans d'expériences

L'expérimentation par la méthode des plans d'expériences trouve son origine au début du 20^{ème} siècle dans le secteur de l'agronomie. Depuis les années 1950, son utilisation s'est largement répandue à d'autres secteurs industriels.

4.4.1. Principe général

Les plans d'expériences sont utilisés pour comprendre le fonctionnement d'un processus et/ou optimiser leurs performances. Ils apportent une solution rapide et efficace pour appréhender les réactions d'un système en fonction des différents facteurs susceptibles de le modifier (Figure 55). Une connaissance minimale des paramètres d'entrée (facteurs) capables d'agir sur les données de sortie (réponses) est donc nécessaire.

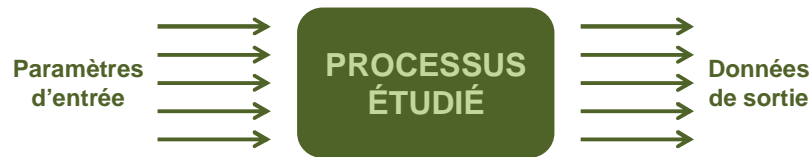


Figure 55 : Principe général d'un plan d'expériences

À partir de plusieurs essais, des liens de causes à effets entre les facteurs et les réponses sont établis. Il n'est *a priori* pas simple d'obtenir ces relations, d'autant plus s'il existe des interactions entre les différents facteurs, ou des effets quadratiques.

La méthode intuitive consistant à étudier l'influence de la position d'un facteur en fixant les autres paramètres nécessite souvent un très grand nombre d'expérimentations, surtout si plusieurs paramètres doivent être évalués. Cette méthode est, par conséquent, très coûteuse en matériel et en temps. De plus, puisqu'un seul facteur est activé à la fois, elle ne rend pas compte des interactions potentielles entre les différents paramètres.

La construction puis la réalisation d'un plan d'expériences adapté au système étudié donne accès aux relations entre les paramètres d'entrée, leurs interactions et les données de sortie. D'autre part, le nombre d'expériences est minimisé tout en maximisant la précision du résultat.

4.4.2. Application au cas de l'étude

Dans ce paragraphe, seulement les grandes lignes de la méthode des plans d'expériences, appliquées au cas de cette étude sont développées. Une description plus

détaillée est disponible en annexe 4 (Pillet, 1997; Louvet et Deleplanque, 2005; Goupy et Creighton, 2009).

4.4.2.1. Définition des réponses étudiées

Pour une meilleure compréhension des phénomènes liés à la contamination croisée, le même plan d'expériences a été appliqué à plusieurs réponses.

- masse des dépôts (totale et par zone identifiée),
- masse de traceur dans les dépôts (totale et par zone identifiée),
- concentration des dépôts en traceur (par zone identifiée),

4.4.2.2. Choix des facteurs

Après consultation, les experts du domaine n'ont pas été en mesure d'affirmer quels facteurs procédés, ou interactions de facteurs, pouvaient avoir une influence notable sur la masse des dépôts dans l'élévateur, la masse de traceur déposée dans le système, les flux d'air ou les déplacements d'aérosols. De plus, la bibliographie est très pauvre sur le sujet. Cependant, il a été souligné que les dépôts de particules, contaminantes ou non, sont probablement liés aux mouvements d'air et d'aérosols dans le système. Ainsi, les facteurs pris en compte sont ceux qui, *a priori*, agissent sur ces phénomènes. Les paramètres procédés définis, correspondent à des conditions qui peuvent être retrouvées sur une ligne de fabrication industrielle. Les cinq facteurs retenus (4 facteurs géométriques et 1 facteur dynamique) sont exposés dans le Tableau 20.

Code	Facteur	Niveau (+ 1)	Niveau (-1)	Raison industrielle
G	Dimension des gaines / espace entre la gaine et les godets (Figure 56a)	Grandes	Petites	La modification de l'espace entre la gaine et les godets peut correspondre à un changement de taille des godets dans le but d'augmenter le débit de l'élévateur.
L	Présence de la liaison entre les brins	Avec (position basse)	Sans	Ce dispositif a pour but d'équilibrer les pressions entre les brins. Cependant aucune étude n'a montré sa réelle efficacité. En outre les constructeurs ne sont pas unanimes sur sa position sur l'élévateur.
A	Côté de l'alimentation de l'élévateur	Brin montant	Brin descendant	Tous les constructeurs de matériel de manutention s'accordent à dire qu'une alimentation par le brin descendant est plus adaptée au transport de farines. Cependant, souvent pour des raisons d'encombrement, plusieurs élévateurs sont alimentés par le brin montant.
B	Angle de la bavette de jetée (Figure 56b)	Proche des godets (53° par rapport à l'horizontale)	" Verticale " (71° par rapport à l'horizontale)	Pour optimiser le débit de l'appareil, la bavette de jetée est toujours réglée au plus près des godets. Cependant, son angle est vérifié très rarement, et dans la plupart des cas, uniquement si une baisse significative du débit est observée. Certains experts ont émis l'hypothèse que d'un point de vue contamination croisée, un reflux "contrôlé" dans le brin descendant pouvait avoir une action "nettoyante" sur ce dernier.
V	Type de vidange (couple entre la vitesse de la sangle et le débit d'alimentation)	Centrifuge	Mixte	La vidange préconisée pour le transport de farines est de type mixte. Elle permet une évacuation relativement rapide du produit, sans endommager le matériel de manutention. Cependant, la limite entre les deux modes de vidange décrite dans la littérature est beaucoup plus basse que ce qui est couramment pratiqué. Aussi, il arrive souvent qu'en voulant augmenter le débit via une accélération de la sangle, le mode de vidange soit modifié, passant donc du mode mixte au mode centrifuge.

Tableau 20 : Facteurs et niveaux retenus pour le plan d'expériences

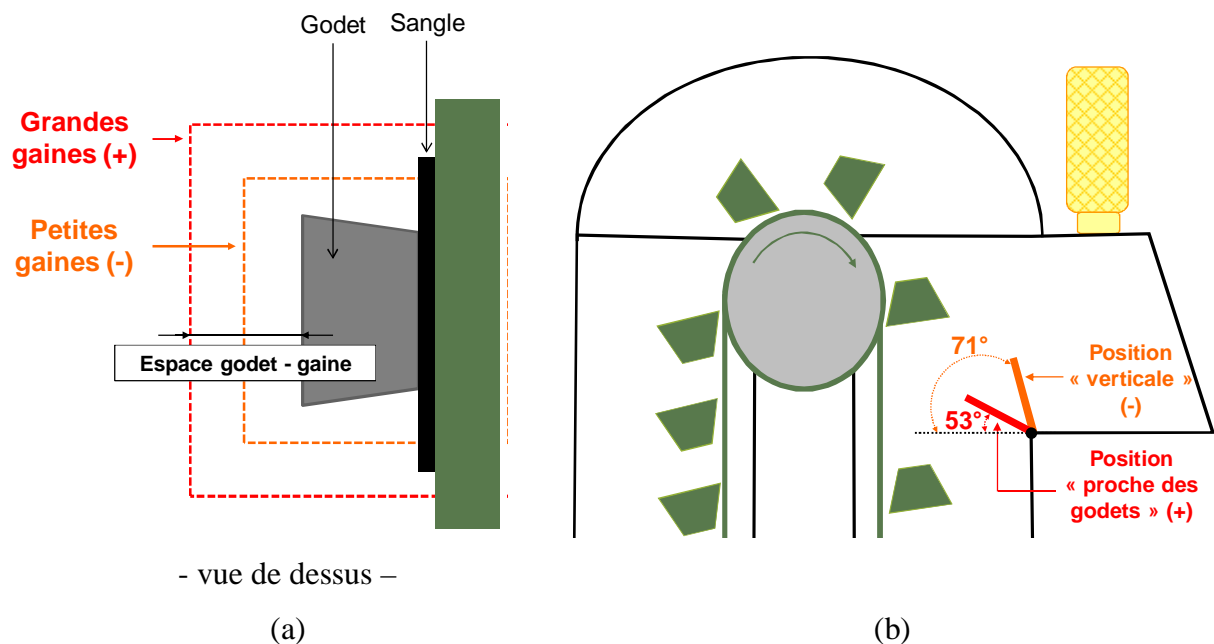


Figure 56 : Schémas des niveaux des facteurs "espace godet-gaine" (G) (a) et "angle de la bavette de jetée" (B) (b), définis pour le plan d'expériences

4.4.2.3. Conception du plan d'expériences

4.4.2.3.1. Plan factoriel complet 2^5

Le plan d'expériences idéal, permettant de calculer directement et sans aucune ambiguïté les effets de tous les facteurs et de toutes les interactions, est un plan factoriel complet. Dans cette étude, cinq facteurs à deux niveaux de sollicitation chacun imposent $2^5 = 32$ essais.

Comme détaillé lors de la description du protocole (p.99), chaque essai est décomposé en deux sous-essais ("traceur" et "traceur + collecteur"), multipliant donc par deux le nombre d'expérimentations. La durée nécessaire à la réalisation d'un essai étant très importante (une $\frac{1}{2}$ journée pour l'essai proprement dit, 1 journée de préparation et 1 journée d'analyse), il a été décidé d'adopter un plan d'expériences réduisant le nombre d'essais.

4.4.2.3.2. Plan factoriel fractionnaire $2^{(5-1)}$

Le plan factoriel fractionnaire d'un niveau inférieur est une alternative au plan factoriel complet qui réduit le nombre d'essais à réaliser, passant ainsi de 32 (2^5 : essais " traceur " et essais " traceur + collecteur ") à 16 (2^4) expérimentations. Cependant, cette manipulation engendre des " confusions ", appelées alias, entre les effets des facteurs et des interactions, qui dépendent du choix du générateur (voir annexe 4).

Afin que les effets des facteurs et des interactions entre deux facteurs (interactions d'ordre 1) ne soient aliasés qu'avec des interactions d'ordre supérieur ou égal à deux (entre au moins trois facteurs), I = GLABV a été défini comme générateur d'alias. Les facteurs seuls sont, par conséquent, aliasés avec les interactions d'ordre 4 et les interactions d'ordre 2 et 3 sont confondues. Finalement, les 16 essais décrits sur la Figure 57 ont été mis en œuvre.

N° Essai	G espace godets/gaine	L présence de la liaison	A côté de l'alimentation	B angle de la bavette de jetée	V type de vidange
1	+	+	+	+	+
2	+	+	+	-	-
3	+	-	-	+	+
4	+	-	-	-	-
5	-	-	+	+	+
6	-	-	+	-	-
7	-	+	-	+	+
8	-	+	-	-	-
9	-	+	+	-	+
10	-	+	+	+	-
11	-	-	-	-	+
12	-	-	-	+	-
13	+	-	+	-	+
14	+	-	+	+	-
15	+	+	-	-	+
16	+	+	-	+	-
Niveau (+)	grand	avec	brin montant	proche des godets	centrifuge
Niveau (-)	petit	sans	brin descendant	verticale	mixte

Figure 57 : Plan des essais du plan d'expériences

L'ordre de réalisation a été choisi de façon à minimiser les opérations de démontages et de remontages des différentes pièces du banc d'essais, en particulier les gaines et la liaison.

Enfin, trois essais de répétabilité ont été réalisés, dans les conditions de références, correspondant aux pratiques industrielles courantes, établies à partir d'un questionnaire envoyé aux industriels du secteur, producteurs d'aliments et fabricants de matériel de manutention (annexe 2). Les positions des paramètres pour ces expérimentations sont décrites dans le Tableau 21.

Paramètre	(G)	(L)	(A)	(B)	(V)
Position	moyennes	avec (+)	brin descendant (-)	proche des godets (+)	mixte (-)

Tableau 21 : Positions des paramètres procédés pour les essais de répétabilité sur pilote

L'objectif de ces essais est d'une part de déterminer l'incertitude liée à la méthode mise en place (p 113) et d'autre part de vérifier sa répétabilité.

4.4.2.3.3. Hypothèses

La première hypothèse mise en place lors de la conception de ce type de plan d'expériences, est l'additivité de la (des) réponse(s). En effet, cette méthode considère que la réponse calculée est la somme de la moyenne des réponses et des effets apportés par les facteurs, seuls ou par interactions entre eux.

$$Y = \bar{Y} + EX_1 + \dots + EX_n + EX_1X_2 + EX_1X_3 + \dots + EX_{n-1}X_n \quad (1)$$

De plus, les interactions entre facteurs d'ordre supérieur ou égal à deux sont considérées comme négligeables, effaçant donc les aliases pour les effets des paramètres seuls et les combinaisons d'ordre 1.

Enfin, puisque les facteurs ne prennent que deux niveaux, la linéarité est supposée entre ces deux positions (pour les paramètres quantitatifs).

4.4.3. Évaluation des incertitudes liées au protocole

Cette étape permet de déterminer si l'effet calculé d'un facteur ou d'une interaction est réel ou s'il est seulement dû à la variabilité du protocole et des moyens de mesures utilisés.

L'incertitude globale d'une méthode se décompose en deux parties : l'erreur de justesse et l'erreur de répétabilité.

Par exemple, sur trois mesures exécutées dans les mêmes conditions expérimentales (Figure 58), l'erreur de justesse est l'écart de la moyenne des résultats à la valeur vraie (théorique). L'erreur de répétabilité concerne l'écart de chacune des valeurs à la moyenne (Bourdillon, 2001).

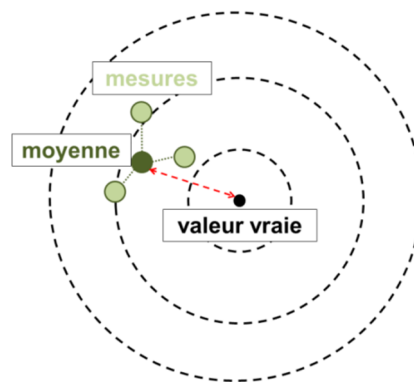


Figure 58 : Schéma de décomposition de l'incertitude

Dans le cas de cette étude, l'erreur de répétabilité est à la fois générée par la réalisation des essais sur le pilote et par le traitement des échantillons avant leur analyse. Plusieurs protocoles ont alors été mis en place afin de quantifier les différentes sources d'incertitudes identifiées.

4.4.3.1. Incertitude de justesse

L'incertitude de justesse, ou erreur systématique, peut avoir plusieurs origines. Celles-ci sont liées aux matériels de mesure utilisés et aux différents calculs qui mènent au résultat.

La première étape consiste à définir le(les) mesurande(s) utilisé(s). Dans cette étude, trois résultats sont considérés : la masse des dépôts, la masse de microtraceur dans ces dépôts et leur concentration. Ces quantités sont définies par les équations suivantes :

$$C_{\mu T} = \frac{D.O \times C_g \times V_{sol}}{m_{éch} \times V_g} \quad (2)$$

$$m_{\mu T} = \frac{C_{\mu T} \times m_{\text{dépôt}}}{10^6} \quad (3)$$

Avec :

$C_{\mu T}$: Concentration en microtraceur

D. O. : Densité optique

C_g : Coefficient directeur de la droite de la gamme

V_{sol} : Volume de solvant utilisé

V_g : Volume de solvant utilisé pour réaliser la gamme

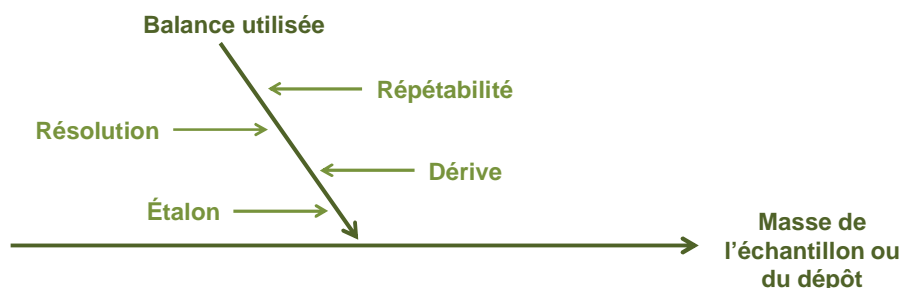
$m_{\text{éch}}$: Masse de l'échantillon analysé

$m_{\text{dépôt}}$: Masse du dépôt

$m_{\mu T}$: Masse de microtraceur dans le dépôt

Il s'agit ensuite d'identifier si les paramètres de ces expressions peuvent être associés à une incertitude sur leur valeur. D'autres paramètres, n'apparaissant pas explicitement dans ces équations, peuvent également affecter le résultat de la mesure et générer une incertitude.

Le diagramme d'Ishikawa, aussi appelé diagramme des causes et des effets ou " en arête de poisson ", illustre les différentes sources d'incertitudes qui entrent en jeu lors du calcul du mesurande (Eurachem/Citac, 2000).



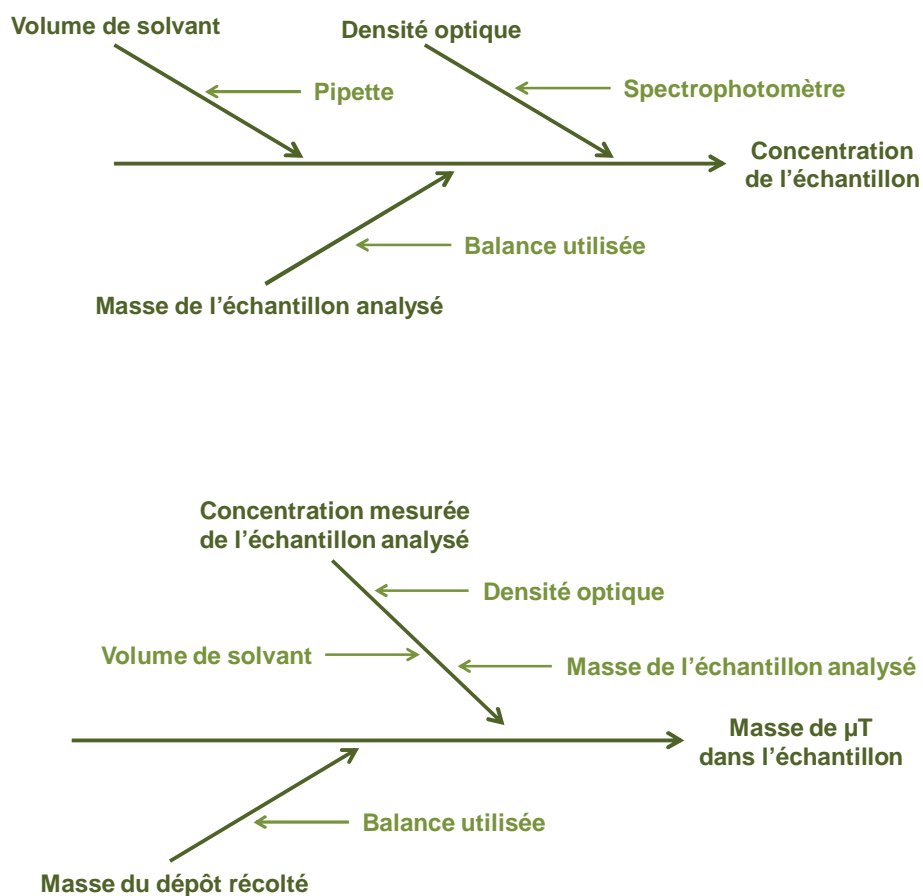


Figure 59 : Diagrammes d'Ishikawa pour les sources d'incertitudes concernant les masses de dépôts, les masses de microtraceur et les concentrations en microtraceur

Lorsque les origines ont été identifiées, il reste à les quantifier, c'est-à-dire évaluer l'incertitude type (ou incertitude individuelle) liée aux pesées des dépôts et des échantillons. Elles sont évaluées comme suit :

$$u^2_{résolution} = \left(\frac{\text{tolérance de la balance}}{\sqrt{3}} \right)^2 \quad (4)$$

$$u^2_{répétabilité} = \frac{(\text{écart type des } n \text{ mesures})^2}{n} \quad (5)$$

$$u^2_{dérive} = \left(\frac{\text{écart maximal à la moyenne}}{\sqrt{3}} \right)^2 \quad (6)$$

$$u^2_{étalon} = \text{déterminé directement par les caractéristiques techniques des étalons utilisés} \quad (7)$$

Finalement, l'incertitude type de justesse sur une masse est définie par :

$$u_{\text{balance}}^2 = u_{\text{résolution}}^2 + u_{\text{répétabilité}}^2 + u_{\text{dérive}}^2 + u_{\text{étalon}}^2 \quad (8)$$

Les incertitudes type issues du volume de solvant prélevé (pipette automatique) ainsi que celles générées par la lecture de la densité optique sur le spectrophotomètre sont décrites dans les manuels d'utilisation des appareils, vérifiés annuellement.

Enfin, l'incertitude composée $u_c(y)$, d'une valeur $y = f(x_1, x_2, \dots, x_N)$ dont les composantes sont corrélées entre-elles, est déterminée par la loi de propagation des incertitudes :

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \cdot u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^N \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} C(x_i, x_j) \quad (9)$$

Avec

$u_c^2(y)$: incertitude composée de la variable y

$\frac{\partial f}{\partial x_i}$: dérivée partielle de la fonction f par rapport à la variable x_i

$u(x_i)$: incertitude type de la variable x_i

$C(x_i, x_j)$: coefficient de corrélation des variables x_i et x_j

L'incertitude de justesse globale est généralement présentée sous la forme d'une incertitude élargie $U(y) = 2 \times u(y)$, correspondant à une incertitude de 95 %. La quantité $U(y)$ est exprimée dans l'unité de la grandeur y .

Les calculs de l'incertitude de justesse (U_j) sont évalués à partir des valeurs théoriques de chaque type d'échantillons, en termes de masse et de concentration en microtraceur.

4.4.3.2. Incertitude de répétabilité

L'incertitude de répétabilité est calculée à partir de plusieurs essais réalisés dans des conditions considérées comme identiques. Un maximum de paramètres susceptibles de générer une incertitude sur le résultat est pris en compte.

L'incertitude de répétabilité (U_R) est l'écart type de l'ensemble des essais. Autrement dit, c'est la variance des écarts à la moyenne.

$$U_R = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (10)$$

Avec

n : nombre d'essais

x_i : résultat de l'essai i

\bar{x} : moyenne des résultats des n essais

Pilote

L'incertitude de répétabilité liée au protocole d'expérimentation sur le pilote ($U_{R \text{ pilote}}$) est déterminée à partir de quatre essais de répétabilité exécutés dans des conditions considérées comme identiques. La configuration du pilote correspond aux pratiques usuelles en usine d'aliments du bétail.

Laboratoire

L'incertitude de répétabilité liée au traitement des échantillons avant leur analyse ($U_{R \text{ labo}}$) est évaluée pour chaque type d'échantillon collecté lors d'un essai sur pilote, en termes de masse et de concentration en microtraceur.

4.4.3.3. Incertitude globale

L'incertitude globale pour chaque type de dépôt est égale à la racine de la somme des carrés des trois incertitudes identifiées :

$$U_{\text{globale}} = \sqrt{U_j^2 + U_{R \text{ pilote}}^2 + U_{R \text{ labo}}^2} \quad (11)$$

4.4.4. Test de comparaison des moyennes

Ce test permet de valider la significativité des écarts observés entre les essais " traceur " et " traceur + collecteur " des expériences de répétabilité. Il se formule par :

$$t_c = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{s_{pd} \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}} \quad (12)$$

Avec

\bar{x}_1 : moyenne des n_1 valeurs de la population 1

\bar{x}_2 : moyenne des n_2 valeurs de la population 2

s_{pd} : moyenne pondérée des variances des 2 populations définie par

$$s_{pd} = \frac{(n_1 - 1)s_{x_1}^2 + (n_2 - 1)s_{x_2}^2}{n_1 + n_2 - 2} \quad (13)$$

Où $s_{x_1}^2$ et $s_{x_2}^2$ sont les variances respectives des populations 1 et 2.

La valeur du test calculée (t_c) est comparée à la valeur critique de Student (table en annexe 5), à un seuil critique de probabilité égal à 5 %. Si cette valeur est supérieure au seuil critique de Student, la différence entre les moyennes \bar{x}_1 et \bar{x}_2 est statistiquement significative.

4.5. Mesure des champs de vitesses pendant la vidange par Imagerie de particules

Les méthodes de mesures des vitesses de l'air évoquées mettent en œuvre des moyens intrusifs perturbant plus ou moins l'écoulement. Depuis une vingtaine d'années, de nouvelles techniques optiques expérimentales non intrusives ont été développées. Elles mesurent instantanément le champ de vitesse d'un écoulement par le suivi de particules (traceurs) en suspension dans le fluide.

4.5.1. Principe général

La technique de PIV consiste à illuminer le plan (2D) où doit être effectuée la mesure avec une nappe laser suffisamment mince (environ 2 mm). Le principe de cette méthode est basé sur la mesure de la distance de vol des particules entre deux instants t_1 et $t_2 = t_1 + \delta t$. La Figure 60 illustre le principe général de la PIV.

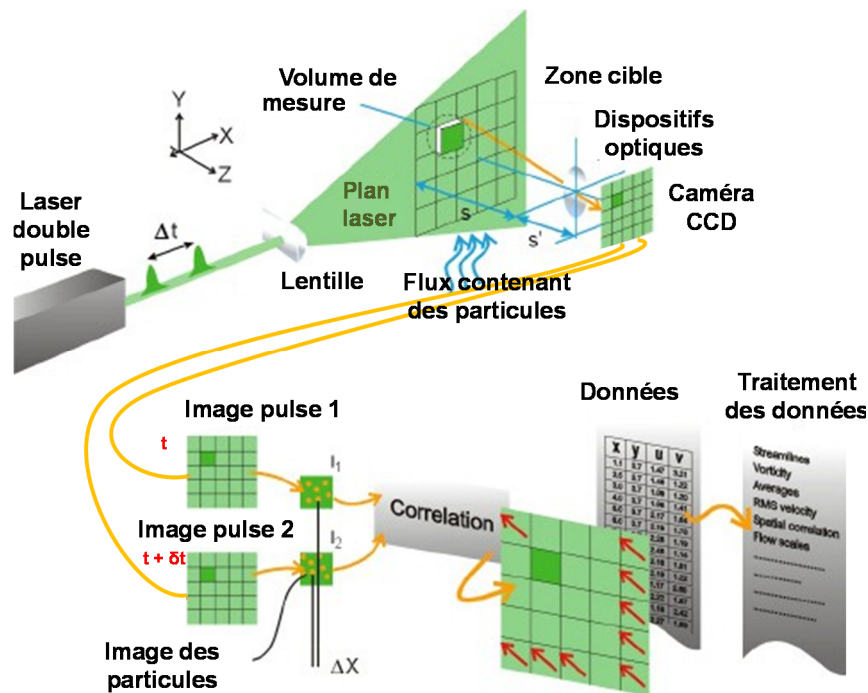


Figure 60 : Schéma du principe de fonctionnement de la PIV (Doc Dantec Dynamics)

Un laser pulsé Nd-Yag à double cavité génère une série de paires de flashes lumineux très puissants. Le faisceau est divergé par une lentille hémisphérique pour créer un plan laser. Les particules mises en jeu réfléchissent la lumière dans la direction orthogonale au plan de mesure éclairé (diffusion de Mie), lorsqu'elles passent dans celui-ci. Une caméra CCD¹⁵ monochrome haute résolution, à faible temps d'exposition et très sensible est synchronisée

¹⁵ Les CCD (Charge Coupled Device ou Dispositif à Transfert de Charge) sont des capteurs photosensibles qui accumulent les charges électriques en proportion de la lumière qu'ils reçoivent.

avec les impulsions du laser. Elle numérise les doublets d'images des particules lumineuses qui sont stockées en temps réel dans la mémoire vive du processeur (Figure 61).

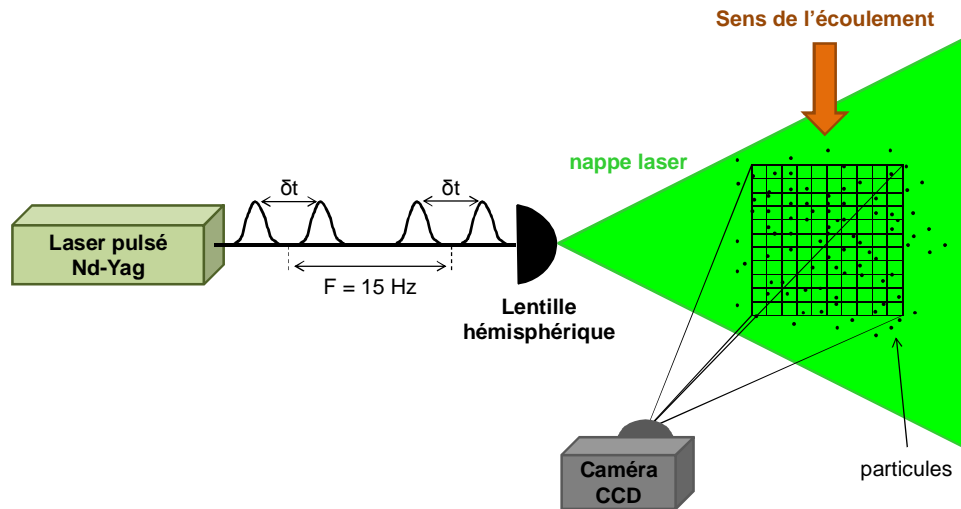


Figure 61 : Principe de génération optique d'une série de couples d'images (Doc Dantec Dynamics)

Une série d'acquisitions constituée d'une série de couples d'images est ainsi opérée (Figure 62).

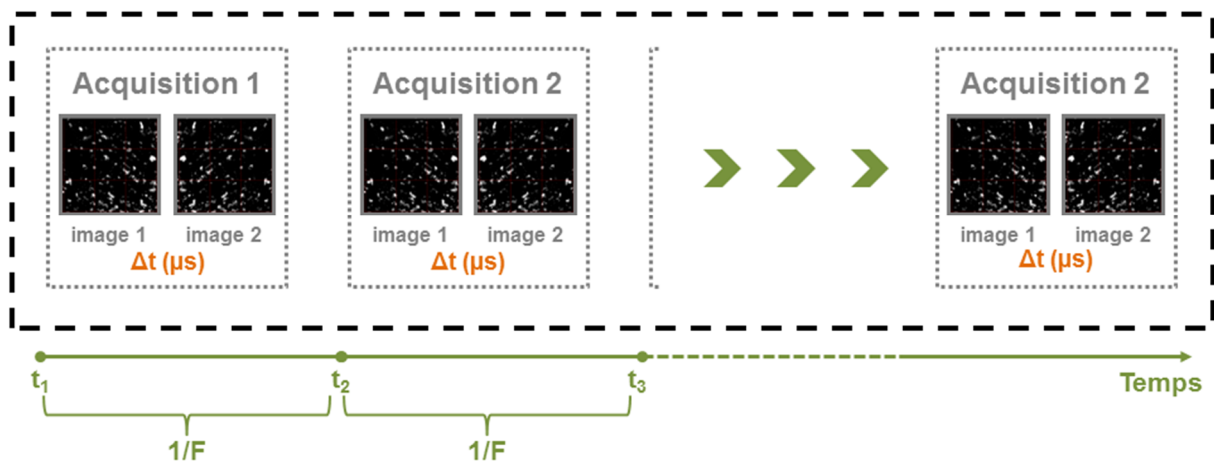


Figure 62 : Séquencement des acquisitions des doublets d'images au cours du temps

Les images numériques sont ensuite découpées en un grand nombre de fenêtres d'interrogation, de petite dimension, qui contiennent plusieurs particules (Figure 63). Pour un capteur CCD de 1024 x 1024 pixels, elles ont une surface comprise entre 16x16 pixels et

64x64 pixels. De fait, l'analyse de chaque couple d'image fournira entre 256 et 4096 vecteurs instantanés à chaque pas de temps.

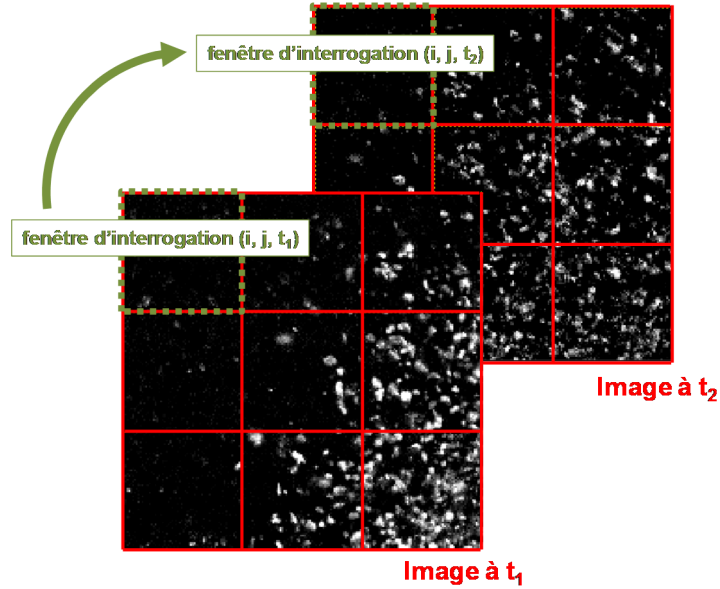


Figure 63 : Principe du " découpage " des images instantanées en fenêtres d'interrogation

Un algorithme évalue le déplacement le plus probable des particules entre les deux images (Figure 64). Pour cela, il calcule la fonction d'inter-corrélation de l'intensité lumineuse (niveau de gris) par transformées de Fourier rapides (FFT) bidimensionnelles, directes puis inverses, entre les mêmes fenêtres d'interrogation sur une paire d'images.

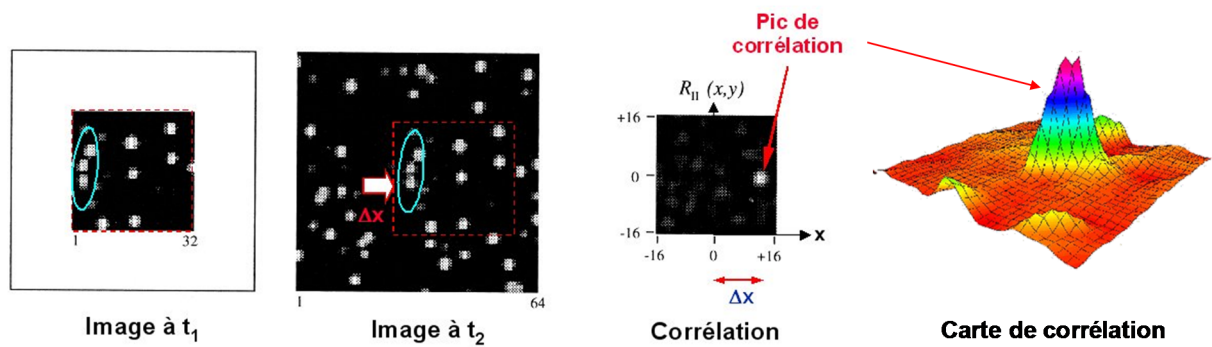


Figure 64 : Inter-corrélation des niveaux de gris d'un couple de fenêtres d'interrogation

Les composantes de la vitesse des particules d'une fenêtre d'interrogation sont finalement déterminées à partir des coordonnées (x, y) du pic de corrélation : $U = \frac{\Delta x}{\Delta t}$.

4.5.2. Avantages et limites de la méthode

Tout d'abord, la PIV est une méthode **non intrusive** qui permet de réaliser des mesures sans perturber le système, et en particulier sans modifier les flux d'air et d'aérosols. D'autre part, ce moyen de mesure suit le champ de vitesses au cours du temps permettant, après traitement du signal, d'obtenir une carte du champ **instantané** des vecteurs vitesses dans la zone étudiée. Enfin, la vélocimétrie par image de particules atteint une **précision élevée** sur la vitesse grâce à des Δt très courts et une méthode d'autocorrélation capable de détecter des déplacements inférieurs à la dimension des pixels des images.

Cependant, ce type de mesure, utilisant une seule caméra, calcule seulement les champs de vitesses bidimensionnels, dans l'axe de la vidange. Par conséquent, les mouvements de l'air et des particules fines perpendiculairement à cet axe sont masqués. De plus, dans le cas de la mesure du champ de vitesses des particules, l'élévateur est en fonctionnement normal. La quantité de produit vidangé par chaque godet est alors importante, empêchant ainsi le plan laser de traverser le flux de produit.

4.5.3. Dispositif expérimental

Les phénomènes autour de la bavette de jetée constituent une partie essentielle du processus de vidange en tête de l'élévateur. En effet, les mouvements des flux d'air y varient fortement en fonction de la position des paramètres de fonctionnement de l'élévateur. Ces variations sont souvent à l'origine de comportements différents en termes de circulation, de dépôts et de décrochement de particules fines, et entraînent des modifications parfois notables en ce qui concerne la contamination croisée.

Cependant, lors du processus de jetée, et en particulier à des vitesses de sangle élevées, le flux dense de produit longe la paroi. De fait, dans une configuration classique du plan laser, ce dernier ne parvient pas à traverser le flux de produit et les images obtenues deviennent inexploitable. Pour pallier ce problème, un éclairage frontal a été mis en place, identique pour chaque prise de vue, et pour toutes les vitesses de transfert. La définition du plan d'étude s'effectue par la mise au point de la caméra. Par conséquent, pour des plans éloignés de cette dernière, l'image manque de netteté à cause des particules dont la trajectoire passe devant le plan de travail. Ainsi, il est préférable de choisir un plan suffisamment proche

de la paroi, mais où l'écoulement des particules n'est pas affecté par les phénomènes de proche-paroi et peut donc être considéré comme représentatif de l'ensemble du flux. Dans cette étude, un plan situé à 3 cm de la paroi a été utilisé. La Figure 65 illustre par un schéma le dispositif expérimental mis en place sur la station d'essais.

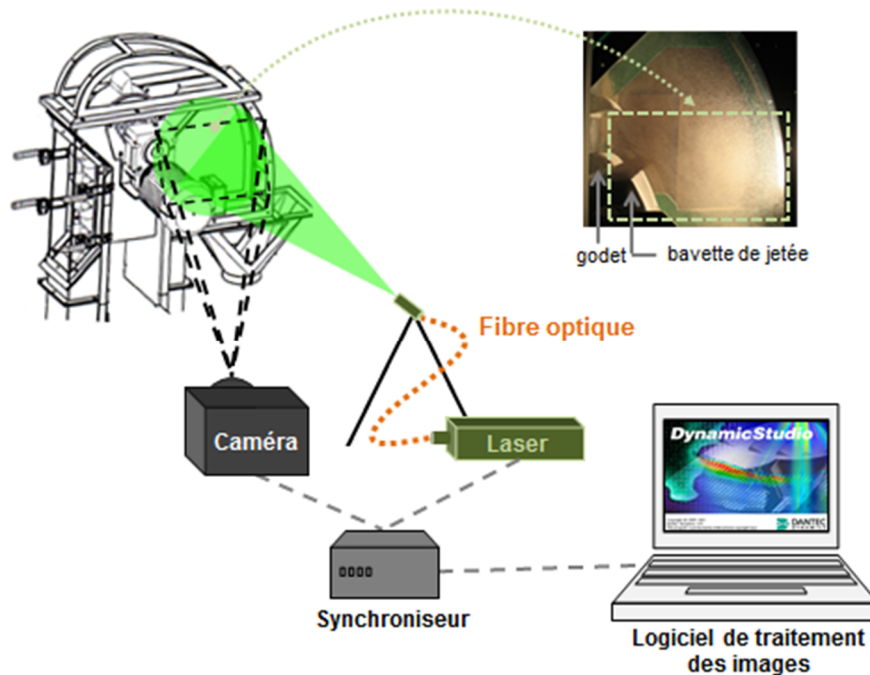


Figure 65 : Dispositif expérimental pour les mesures PIV

Les particules qui constituent le produit de référence (p.96) en circulation dans l'élévateur sont utilisées directement comme traceur. Afin de suivre au mieux l'écoulement et d'éviter un ensemencement trop important, la vis d'alimentation de l'élévateur est réglée sur un même débit pour chaque prise de vue. Le plan de visualisation est alors alimenté en continu et de façon relativement homogène par les particules.

Pour des raisons de facilité de manipulation, le produit n'est pas évacué et système fonctionne en boucle fermée.

4.5.4. Intensité turbulente

L'intensité turbulente est une grandeur hydrodynamique qui évalue les fluctuations de la vitesse de l'écoulement étudié, par rapport à la vitesse moyenne. Pour une série d'images

(200 dans cette étude, soit environ 15 secondes), la valeur moyenne est évaluée pour chaque fenêtre d'interrogation.

Les composantes u et v d'un vecteur instantané peut se décomposer en une vitesse moyenne et une partie fluctuante (décomposition de Reynolds) : $u = \bar{u} + u'$ et $v = \bar{v} + v'$.

Ensuite, l'intensité turbulente I_T est calculée à partir de l'équation (14) sur cette période d'échantillonnage.

$$I_T = \sqrt{\frac{1}{2} \left(\frac{u'^2 + v'^2}{\bar{u}^2 + \bar{v}^2} \right)} \quad (14)$$

4.6. Caractéristiques physiques

4.6.1. Masse volumique apparente et masse volumique tassée

La mesure de la masse volumique apparente ($\rho_{\text{apparente}}$) consiste à déterminer la masse de 100 ml de poudre après son écoulement libre dans une éprouvette. Après augmentation de la hauteur de colonne de produit et une phase de tassement, provoquée dans des conditions définies, le volume occupé par cette même masse de poudre permet de déterminer la masse volumique tassée ($\rho_{\text{tassée}}$). La Figure 66a illustre par un schéma le montage préalable au processus de tassement du produit.

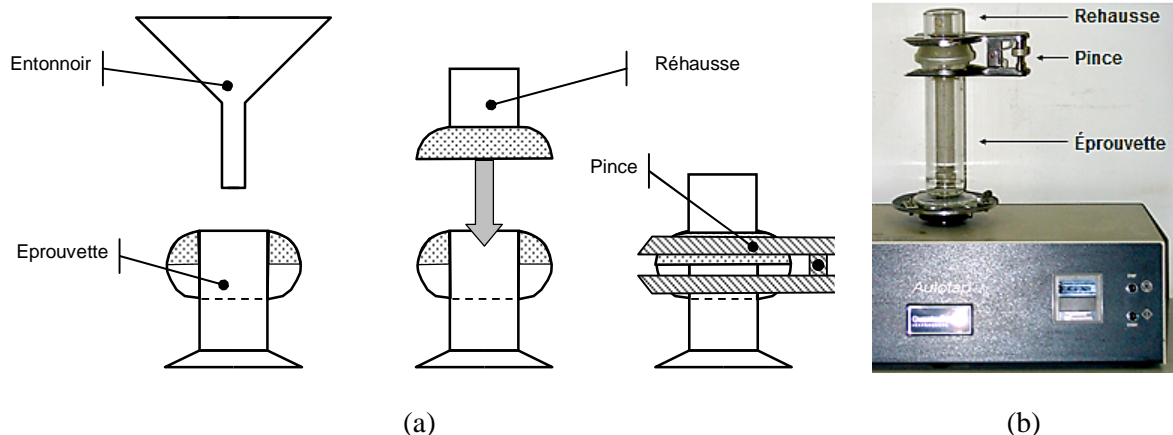


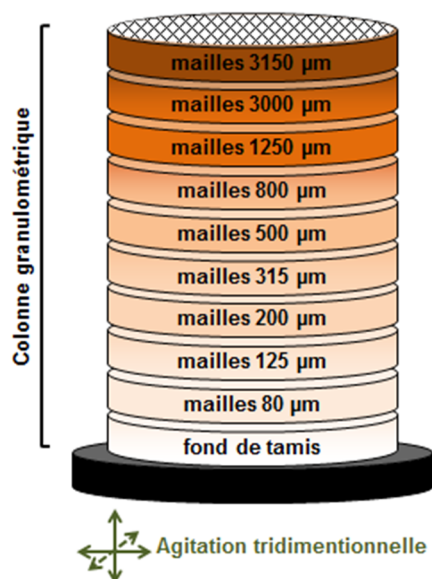
Figure 66 : Schéma (a) et photographie (b) du matériel utilisé pour la mesure des masses volumiques apparente et tassée

L'appareil de tassement utilisé pour ces mesures est l'Autotap (marque Quantachrome, Figure 66b). Le nombre de coups peut être programmé (1250 dans cette étude). La fréquence et l'amplitude de ce mouvement sont respectivement de 260 coups par minute et de 3mm. L'incertitude associée à ces mesures est de ± 10 g/L

4.6.2. Granulométrie de masse (diamètre médian et pourcentage de particules fines)

En alimentation animale, la technique de classement granulométrique des aliments la plus utilisée est le tamisage à sec et la variable qui caractérise la taille des particules est alors le diamètre médian (d_{50}). Les particules sont donc assimilées à des sphères dont le diamètre est fonction des mailles de tamis.

Un échantillon du produit à qualifier est introduit dans une colonne de neuf tamis de mailles différentes (de 80 à 3150 μm), plus un " fond de tamis " ou refus (Figure 67). Celle-ci est agitée par un mouvement tridimensionnel pendant une durée de 10 minutes. Chaque tamis est ensuite pesé donnant accès à la proportion de chaque gamme granulométrique. Les taux de particules fines de diamètres inférieurs à 200 μm et 125 μm sont récupérés directement.



(a)



(b)

Figure 67 : Schéma (a) et photographie (b) de la colonne granulométrique

Enfin, le diamètre médian calculé correspond à la valeur pour laquelle 50% de la population des particules de l'échantillon ont un diamètre équivalent supérieur (ou 50% inférieur).

4.6.3. Angle de talus par éboulement

La méthode consiste à créer un tas de poudre en forme de cône et à mesurer l'angle de base du cône (angle α) ainsi formé (Figure 68a). Pour cela, l'échantillon de produit à tester est introduit dans un cylindre sans fond disposé sur une surface circulaire plane. Le tas est obtenu par éboulement de la poudre, en élevant verticalement le cylindre. La Figure 68b illustre l'appareillage utilisé pour réaliser cette analyse.

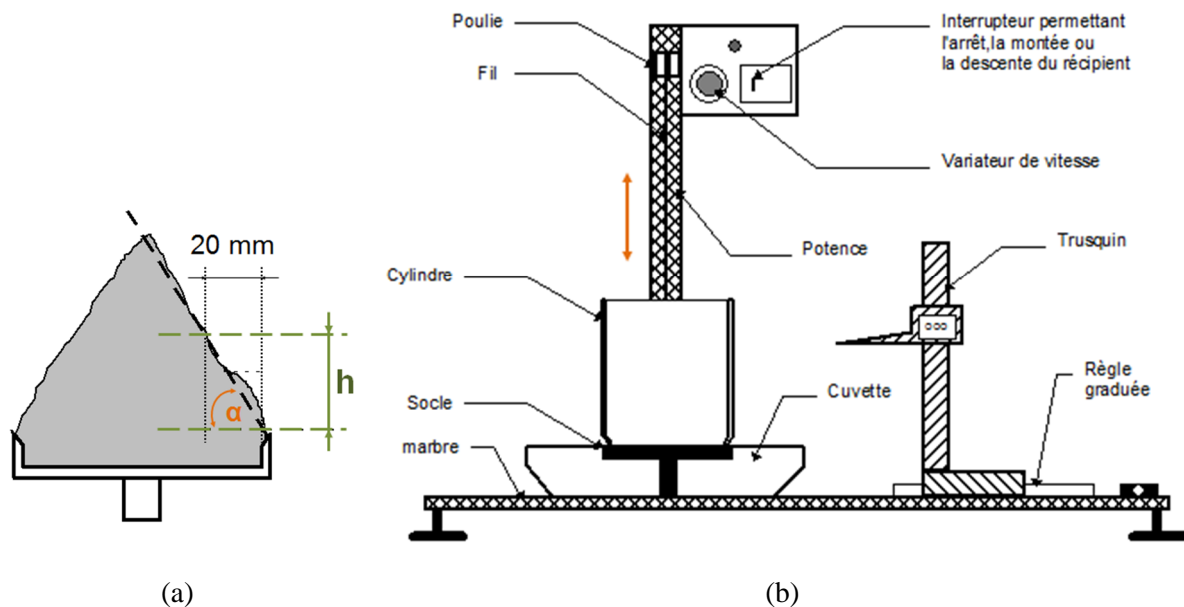


Figure 68: Schéma de la méthode de mesure de l'angle de talus par éboulement (ATE)

La hauteur (h) est exprimée en mm, elle est obtenue avec une précision de 0.02mm. L'angle de talus α en radians est obtenu par : $\alpha = \arctan\left(\frac{h}{20}\right)$. Pour la caractérisation des poudres de l'alimentation animale, il s'exprime généralement en degrés (°).

L'incertitude associée à la mesure de l'angle de talus est de $\pm 3,5 \%$. Cependant, celle-ci ne prend pas en compte l'erreur d'appréciation du contact trusquin/poudre par l'opérateur.

4.6.4. Émissivité

Il s'agit de mesurer la concentration en aérosol d'un produit soit la quantité de particules fines émise par une quantité donnée d'additifs agitée. Pour la mesure, cette poussière est aspirée par un flux d'air et retenue sur un filtre. La mesure est effectuée sur un tambour rotatif (" Dustmeter " de marque Heubach) schématisé sur la Figure 69.

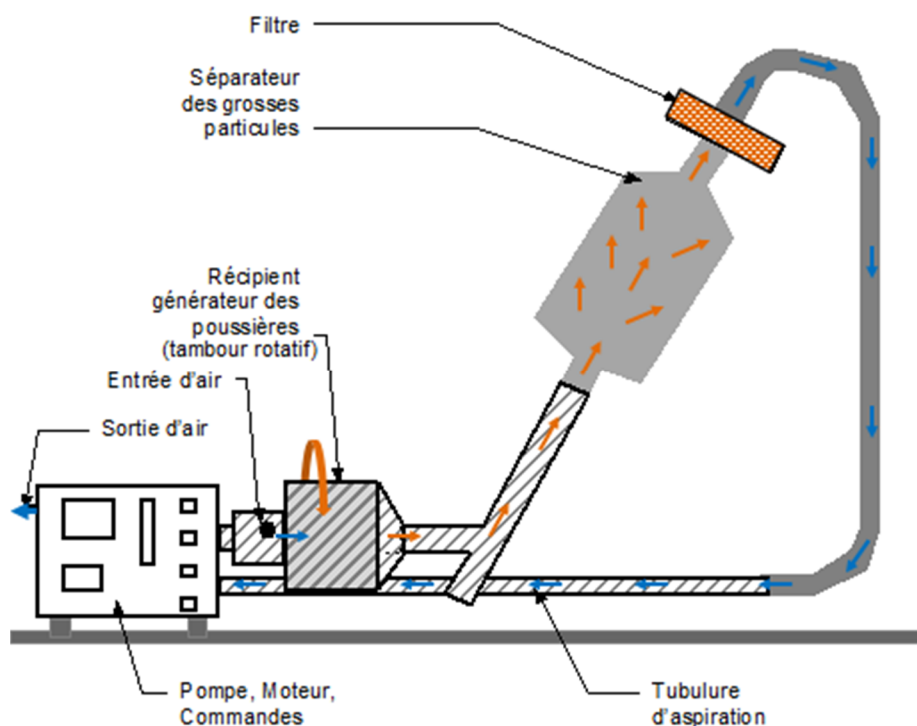


Figure 69 : Schéma du tambour rotatif utilisé pour la mesure d'émissivité des produits

L'échantillon du produit testé est positionné à l'intérieur du tambour qui est ensuite mis en rotation. Un écoulement d'air passe à travers, entraînant les particules mises en suspension vers le dispositif de collecte (filtre), après avoir séparé les plus grosses particules. La quantité d'aérosol émise est exprimée en mg pour 50g de produit.

Troisième partie

Résultats et discussion

5. Résultats et discussion

L'exposé des résultats de cette étude est séparé en deux grandes parties : la première concerne les essais de contamination croisée sur le pilote, et la seconde détaille les observations des écoulements d'air et des mouvements d'aérosols dans le système en fonctionnement, obtenus par PIV.

Tout d'abord, une analyse des dépôts, de produit et de microtraceur, sur l'ensemble des essais (essais de répétabilité et du plan d'expériences) est réalisée. Elle a pour objectif, de mettre en évidence le caractère concentrateur de l'élévateur à godets, identifié dans la littérature, et de qualifier les zones de l'appareil les plus concernées par le phénomène.

Ensuite, les résultats du plan d'expériences vont mettre en lumière les paramètres procédés dont la position influence les quantités de microtraceur déposées puis collectées, et permettront de quantifier ces effets. Ceci sera la base pour la construction d'un modèle théorique prévisionnel, qui sera validé par des essais complémentaires.

Enfin, l'analyse des images obtenues par PIV (imagerie par image de particules) apportera des explications concernant l'action de certains paramètres, identifiés par le plan d'expériences, sur les mouvements d'air et de particules fines, et leurs liens avec le phénomène de contamination croisée.

5.1. Transferts inter-lots de micro-ingrédients

L'influence des paramètres du procédé sur les deux phénomènes liés au transfert inter-lots (dépôt et collecte de produit et de micro-ingrédients) est démontrée par l'étude globale de tous les essais. Par la suite, l'analyse des résultats du plan d'expériences a conduit à l'identification des facteurs influant les processus de dépôt, et de collecte de micro-ingrédients dans l'élévateur.

5.1.1. Comportement global

Le comportement global du produit dans l'élévateur est étudié au travers de tous les essais (essais de répétabilité et du plan d'expériences). Les résultats sont exprimés sous forme d'histogrammes. **Les notations A, B et C font référence aux trois essais de répétabilité, exécutés dans les conditions de référence, et les numérotions de 1 à 16 représentent les essais du plan d'expériences. Les barres d'erreur verticales font référence aux incertitudes** (p. 113). Lorsque ce n'est pas le cas, leur signification est précisée dans la légende.

Les résultats présentés dans ce paragraphe concernent les grandeurs suivantes :

- le niveau de contamination,
- les concentrations des lots après leur passage dans l'élévateur,
- les masses des dépôts,
- les concentrations des dépôts,
- les masses de microtraceur dans les dépôts,
- les capacités de dépôt et de collecte.

5.1.1.1. Niveau de contamination

Le niveau de contamination (N_c) est le rapport entre la concentration du lot collecteur et celle du lot traceur de l'essai correspondant, exprimé en pourcentage. Cette donnée est couramment utilisée dans la profession pour évaluer le transfert inter-lots de micro-

ingrédients d'une ligne de fabrication industrielle. C'est sur celle-ci qu'est basée la réglementation (p22). Sous cette forme, elle permet une comparaison plus aisée entre plusieurs sites industriels et différents traceurs utilisés à des concentrations variées.

La Figure 70 expose les niveaux de contamination pour chaque essai.

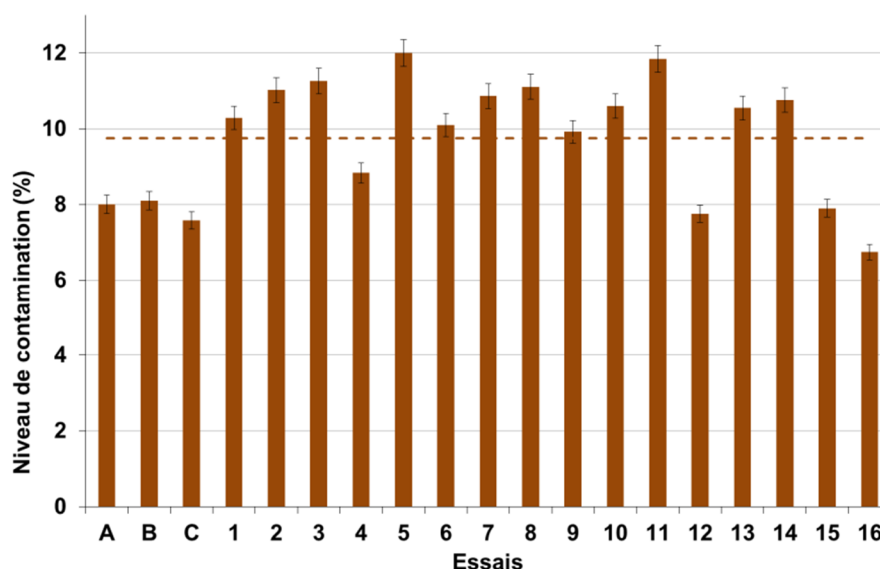


Figure 70 : Niveaux de contamination observés sur les 3 essais de répétabilité (A, B, C) et les 16 essais du plan d'expériences (1 à 16), exprimé en %

La moyenne observée est égale à 9,8 %. Cette valeur est supérieure à celles obtenues sur les sites industriels (environ de 3,0%) de la base de données de Tecaliman. Ceci s'explique essentiellement par le fait que cette étude concerne uniquement l'élévateur à godets, reconnu parmi les appareils de manutention les plus générateurs de contamination croisée. Le coefficient de variation (CV), égal à 15%, suggère une dispersion relative importante qui confirme l'influence du réglage des paramètres procédés sur le niveau de contamination.

D'autre part, le produit de référence par sa plus grande propension à générer des aérosols et le protocole mis en place, qui nécessite 3 passages successifs d'un lot traceur dans le système, participent à la surestimation de la contamination. Cela contribue à une amplification des mécanismes à l'origine du phénomène et permet alors une mise en exergue plus aisée de l'action des facteurs du procédé.

Dans cette étude, le niveau de contamination ne présente pas d'intérêt direct car il ne différencie pas le processus de dépôts de produit, par le lot traceur, de celui de collecte, pendant le passage du lot collecteur. Il reste, tout de même, un excellent outil pour valider la représentativité industrielle de la station d'essais et du protocole.

Les résultats développés dans la suite de cette partie prennent en considération les essais " traceur " d'une part et les essais " traceur + collecteur " d'autre part.

5.1.1.2. Concentration des lots après passage dans l'élévateur

Les lots traceurs sont introduits dans le système avec une concentration initiale de 250 ppm. Après leur passage dans l'élévateur à godets, une diminution systématique (écarts de 17,1 à 62,2 ppm) de la concentration est observée. Ainsi, les lots traceurs, après essais, ont une concentration moyenne de 205,3 ppm (environ 82 % de la concentration initiale). Les lots collecteurs, ne contenant initialement pas de traceur, sortent du système avec une concentration moyenne de 19,9 ppm (Figure 71).



Figure 71 : Concentrations des lots traceurs (a) et collecteurs (b) après leur passage (ppm) dans l'élévateur pour les essais " Traceur + collecteur "

Ces valeurs illustrent clairement les deux phases du phénomène de transfert inter-lots. Celui-ci se traduit par le dépôt de micro-ingrédients lors du passage du lot traceur puis leur récupération pendant le transfert du lot collecteur. De plus, la concentration des lots traceurs présente une dispersion relative moins importante que la concentration des lots collecteurs. Ainsi, les positions des différents paramètres procédés agissent principalement sur la quantité de traceur collectée dans le système et c'est essentiellement de cette dernière que dépendra la valeur du niveau de contamination croisée mesuré.

Bien que la législation considère la problématique des transferts inter-lots uniquement en termes de concentrations, celles-ci traduisent un résultat mais ne peuvent pas rendre compte des mécanismes qui y conduisent. De ce fait, il est préférable de s'intéresser aux masses des dépôts, de produit et de microtraceur.

5.1.1.3. Masse de dépôt de produit dans l'élévateur

L'étude globale des masses de produit restées sur les parois de l'appareil après le passage des lots met en évidence une augmentation de la quantité de dépôt avec le nombre de charges transférées (Figure 72) : une augmentation de 255 g environ est observée entre les essais " traceur " et " traceur + collecteur ". La validité statistique de cette différence a été validée par une comparaison analytique des moyennes (Tableau 22).

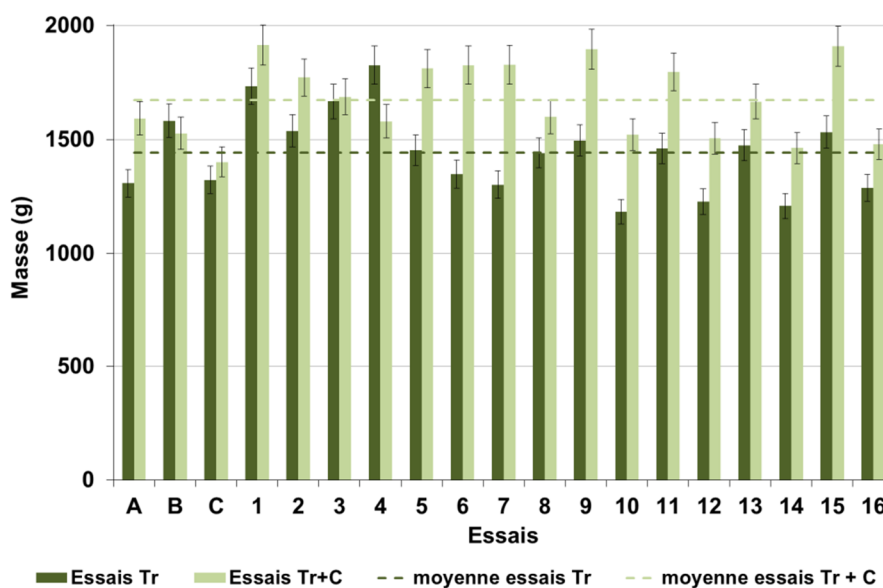


Figure 72 : Masses totales des dépôts dans l'élévateur après essais (grammes)

	Différence (g)	Différence standardisée	Valeur critique à 95 % (table de Student)	Probabilité d'erreur	Différence Significative
masse totale	254,65	4,13	2,04	0,00	Oui

Tableau 22 : Résultats du test analytique de comparaison des moyennes pour les masses totales de produit déposées dans l'élévateur à godets

Ces masses de dépôts totales de produits peuvent sembler relativement faibles. Cependant, lorsqu'elles sont ramenées à l'échelle industrielle elles deviennent considérables. En effet, les essais réalisés sur pilote mettent en jeu des lots de 50 kg de produit. En usine, les charges manipulées sont comprises entre 3 et 5 tonnes. Par conséquent, une masse de dépôt supplémentaire de 250 g sur le pilote représente 15 à 25 kg d'aliment restant dans un élévateur industriel.

Cette augmentation de la masse totale de produit déposée dans l'élévateur peut être expliquée par l'accumulation de produits sur certaines zones (adhésion aux parois) avec ou sans renouvellement des dépôts. Les résultats concernant l'évolution de la masse de traceur dans ces dépôts entre les deux types d'essais permettront de mettre en lumière cet éventuel rinçage des dépôts.

L'analyse granulométrique des échantillons globaux avant et après essai (Figure 73) souligne clairement la finesse des reliquats déposés dans le système, par rapport au produit initial. Effectivement, une nette augmentation du diamètre médian du lot, après son passage dans l'élévateur (25 μm en moyenne) a été identifiée (Figure 73a). L'étude de la proportion, en masse, de particules fines dans ces échantillons (Figure 73b) révèle une perte de 15,8 % en moyenne des particules de taille comprise entre 125 et 200 μm et de 4,5% environ en ce qui concerne les particules fines inférieures à 125 μm . Ainsi, les dépôts de produits dans l'élévateur sont essentiellement des particules fines de diamètre inférieur à 200 μm .

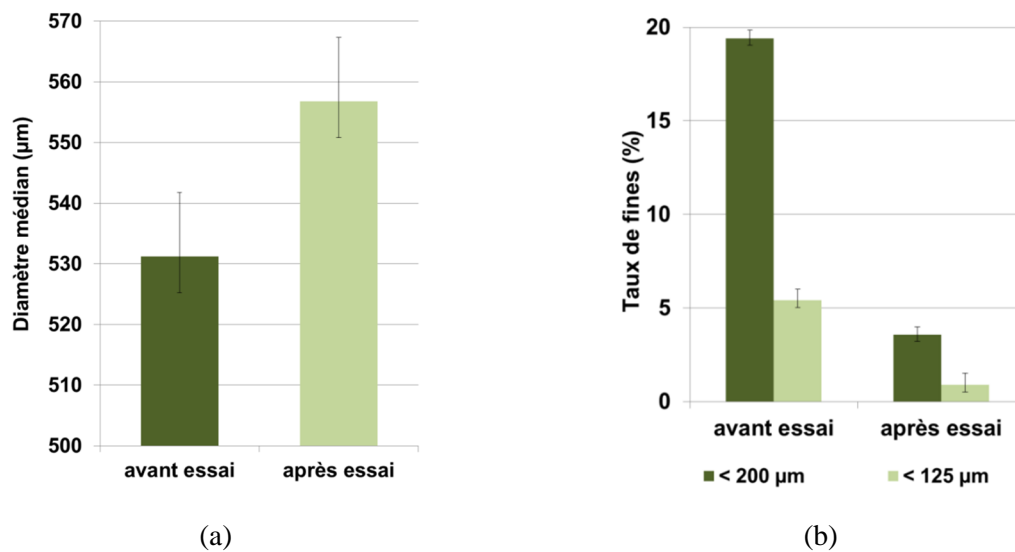


Figure 73 : Évolution du diamètre médian (a) et de la proportion en masse de particules fines (b), dans les lots, avant et après passage dans l'élévateur (moyennes sur les 16 essais " traceur " du plan d'expériences)

Les quantités de produit déposées sur chacune des zones de prélèvement (Figure 52 p.105), après le passage d'un lot traceur seul (essai " traceur "), ou suivi d'un lot collecteur (essais " traceur + collecteur "), sont indiquées sur la Figure 74.

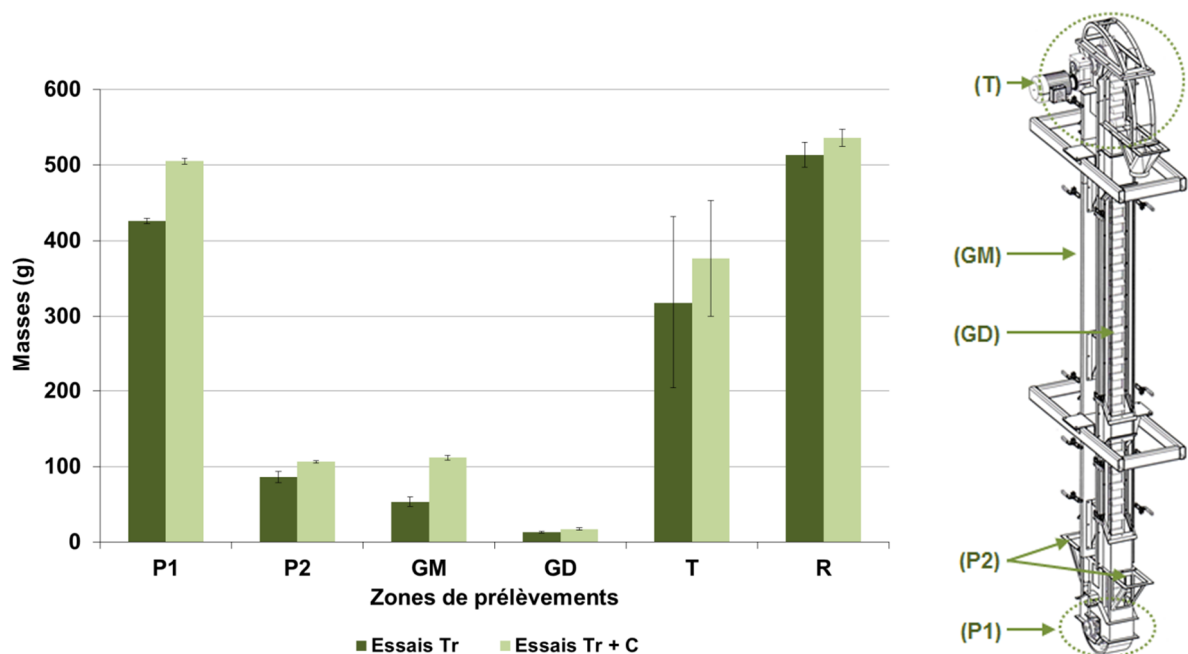


Figure 74 : Répartition des dépôts dans l'élévateur (g) – R : dépôts restant dans l'élévateur après le prélèvement sur les 5 zones de l'appareil

La Figure 75 illustre ces mêmes résultats, exprimés en pourcentage de la masse totale de produit déposée dans l'élévateur.

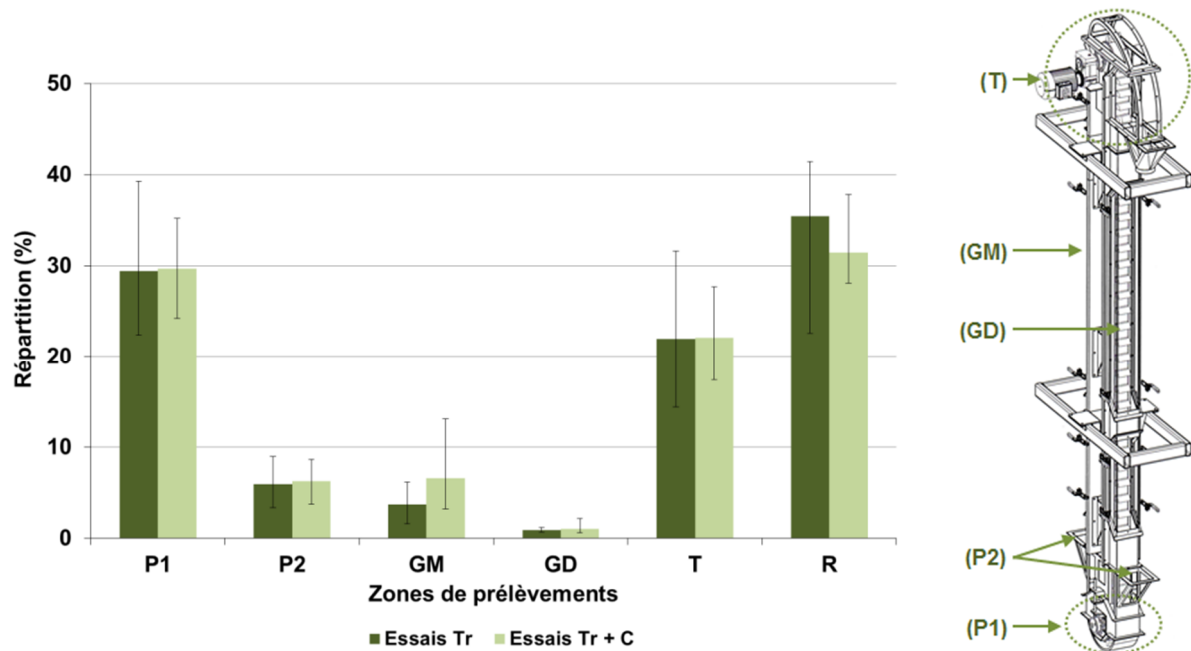


Figure 75 : Répartition relative des dépôts dans l'élévateur (% de la masse totale de produit déposée) – les barres verticales représentent les valeurs minimum et maximum

Le comportement sur chaque zone est comparable à celui de la masse globale déposée : une augmentation de la masse de dépôt avec le nombre de lots transférés est observée. Cependant, dans chaque cas, la répartition des dépôts sur les zones de prélèvement est similaire.

Ces résultats mettent en exergue le dépôt non homogène du produit lors du passage d'un lot. Certaines zones comme le fond du pied (P1) et la tête de l'élévateur (T) sont des lieux de dépôt privilégiés, représentant chacun environ 30% de la masse totale déposée.

La significativité de l'augmentation de la masse des dépôts avec le passage d'un lot supplémentaire est confirmée pour toutes les zones, sauf la tête (T) et le reste (R), par l'étude statistique de comparaison des moyennes (Tableau 23).

	Critère de Student	Valeur critique à 95 % (table de Student)	Probabilité d'erreur	Différence Significative
P1	5,37	2,04	< 0,0001	Oui
P2	2,13	2,04	0,04	Oui
GM	4,62	2,04	< 0,0001	Oui
GD	3,19	2,04	0,001	Oui
T	2,03	2,04	0,05	Non
R	0,77	2,04	0,45	Non

Tableau 23 : Analyse de comparaison des moyennes pour les masses de dépôts sur chacune des zones de prélèvement

Les localisations (T) et (R) sont des lieux de prélèvement présentant une variabilité importante. Celle-ci s'explique d'une part par la verticalité de ces zones et d'autre part par les masses de dépôts relativement importantes qu'elles concernent. Ainsi, au niveau de ces zones, le produit s'accumule jusqu'à atteindre son angle limite d'avalanche entraînant la chute du dépôt : il y a saturation du dépôt. Par conséquent la quantité récoltée est fortement dépendante du moment du prélèvement. De plus, la géométrie (verticale) de la zone engendre une difficulté supplémentaire à la récolte du dépôt dans son intégralité, en évitant la chute de produit.

Cependant, dans le cas de la tête (T), la valeur critique de Student (2,04) est à peine supérieure à la valeur du critère calculé (2,03) : pour une valeur critique choisie à un seuil de probabilité plus élevé ($P > 5\%$), la différence aurait été significative. De fait, le comportement des masses sur ce point de prélèvement reste une information importante à considérer.

5.1.1.4. Concentration des dépôts en microtraceur

L'étude des masses de dépôts de produits dans l'élévateur à godets présente un intérêt direct dans la problématique des transferts inter-lots de macro ingrédients (matières premières OGM par exemple). Cependant, dans le cadre de cette étude portant sur le phénomène de dépôt/collecte de micro-ingrédients (additifs et/ou produits médicamenteux), il est nécessaire de s'intéresser aux masses de microtraceur contenues dans les dépôts de particules fines après le passage des lots dans le système.

La concentration moyenne en microtraceur de ces dépôts dans l'élévateur à godets après le passage d'un lot traceur est environ sept fois supérieure à la concentration initiale (250 ppm). Elle reste quatre fois supérieure malgré le passage d'un lot vierge de traceur

(essais "traceur + collecteur"). Ce phénomène se retrouve sur chacune des zones de prélèvement, comme le montre la Figure 76. Ces valeurs sont cohérentes avec le fait que les dépôts contiennent essentiellement les particules fines, dont le microtraceur. Ceci confirme donc le caractère globalement concentrateur de l'élévateur à godets qui avait été identifié par Jansen et Friedrich (1982).

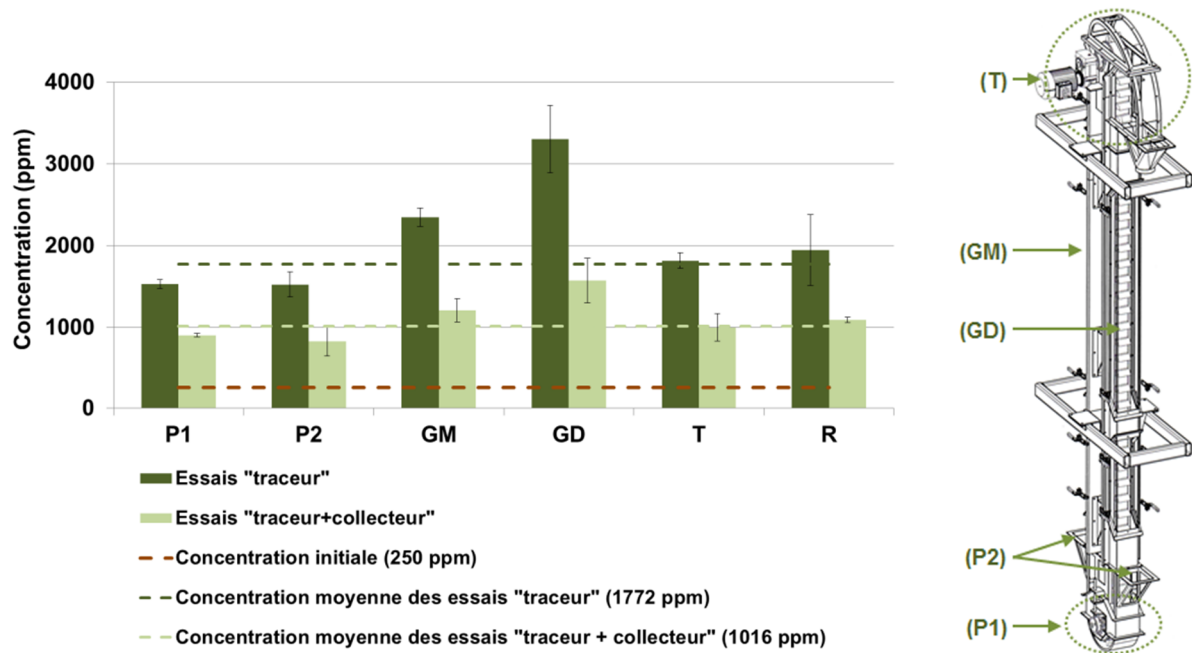


Figure 76 : Concentration des dépôts - ppm (moyennes sur les 3 essais répétabilité et les 16 essais du plan d'expériences)

Les dépôts sur les gaines montante (GM) et descendante (GD) présentent les concentrations les plus élevées, respectivement de l'ordre de 2000 et 3000 ppm. Cependant, ce sont celles dont les masses de dépôts prélevées sont les plus faibles (environ 15 g) (Figure 74, p.137). La masse de traceur concernée est alors relativement faible. À l'inverse, la concentration de la partie amovible du pied (P1) est l'une des moins importantes (~ 1500 ppm) mais cette zone représente environ 30 % de la masse totale de produit déposée. La masse de traceur contenue est donc plus élevée.

De plus ils mettent en exergue des comportements différents des particules fines sur les zones de prélèvement. Ceci est confirmé par l'étude des quantités de particules fines contenues dans chacun des dépôts (Figure 77).

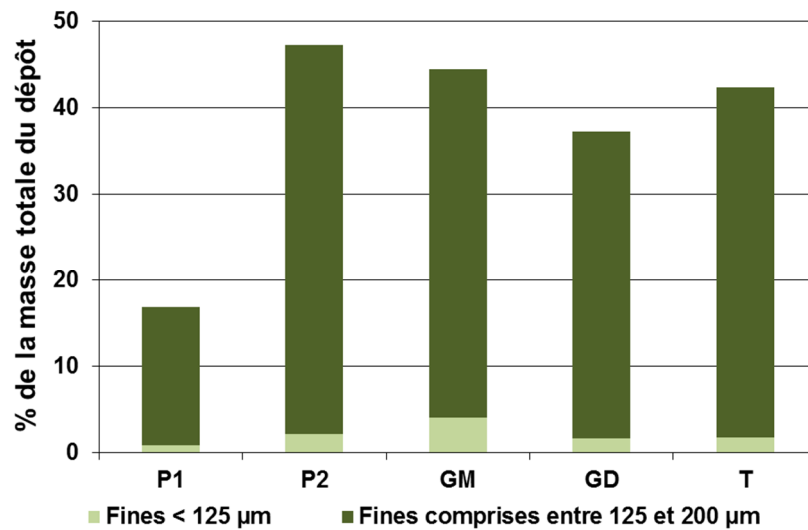


Figure 77 : Proportion de particules fines (%) de diamètre compris entre 125 et 200 μm (a) et inférieur à 125 μm (b) pour chacune des zones de prélèvement

En effet, la mise en relation de ce graphique avec la Figure 76 permet de distinguer 3 types de zones, sur lesquelles les mécanismes qui régissent les particules poussiéreuses désolidarisées de la matrice sont différents :

- **(P1) : " zone résiduelle "** : Le dépôt récolté est issu à la fois d'une fraction de produit déjà présente mais non ramassée par les godets, et du reflux de produit dans le brin descendant. Ce reliquat contient globalement peu de particules fines (16,8 % dont seulement 0,9 % de diamètre inférieur à 125 μm). De fait, la concentration mesurée en microtraceur est plus faible (que les autres zones). Les particules concernées sont essentiellement soumises aux mécanismes de sédimentation.
- **(P2) : " zone inclinée "** : Ce dépôt contient beaucoup de particules fines (47,3 %), essentiellement générés par leur mise en suspension pendant le remplissage des godets (surtout lors d'une alimentation par le brin montant) mais aussi de la vidange du " trop-plein " de ces derniers, au début de leur ascension dans le brin montant. Par conséquent, cette zone contient peu de particules très fines et les concentrations mesurées sont donc plus faibles. Les principaux mécanismes qui entrent en jeu dans ce cas sont l'effet d'inertie et la sédimentation.
- **(GM), (GD) et (T) : " zones verticales "** : Ces dépôts sont en grande partie composés de particules fines, essentiellement comprises entre 125 et 200 μm . De plus ils contiennent

une part non négligeable de particules de l'ordre de 100 μm , en particulier la gaine montante (GM). Cette dernière fraction engendre des concentrations en microtraceur importantes. Le mécanisme de dépôts des aérosols prépondérant serait la diffusion turbulente. Le phénomène de thermophorèse peut aussi entrer en jeu au niveau de la tête (T), qui est une zone d'échauffement potentiel.

Ces résultats démontrent l'intérêt, dans le cadre de l'étude des contaminations croisées, de s'intéresser non pas aux concentrations, mais plutôt aux masses de microtraceur déposées et transférées.

5.1.1.5. Masse de dépôt de microtraceur dans l'élévateur

La masse totale de microtraceur déposée dans l'élévateur représente en moyenne 0,2 % de la masse de dépôt de produit pour les essais " traceur " et 0,1% dans le cas des essais " traceur + collecteur ". Ceci équivaut à une concentration moyenne des dépôts respectivement de 1772,0 ppm et 1016,0 ppm.

Une forte décroissance de la masse de microtraceur déposée est observée entre les essais " traceur " et " traceur + collecteur " (plus de 850 mg en moyenne). Ces résultats (Figure 78) illustrent le renouvellement des dépôts au cours du passage des lots. Ce phénomène est souvent appelé " rinçage " ou " balayage ".

Par ailleurs, ce graphique montre clairement que les paramètres qui agissent sur la quantité de microtraceur déposée sont différents de ceux qui influencent le renouvellement de ces dépôts.

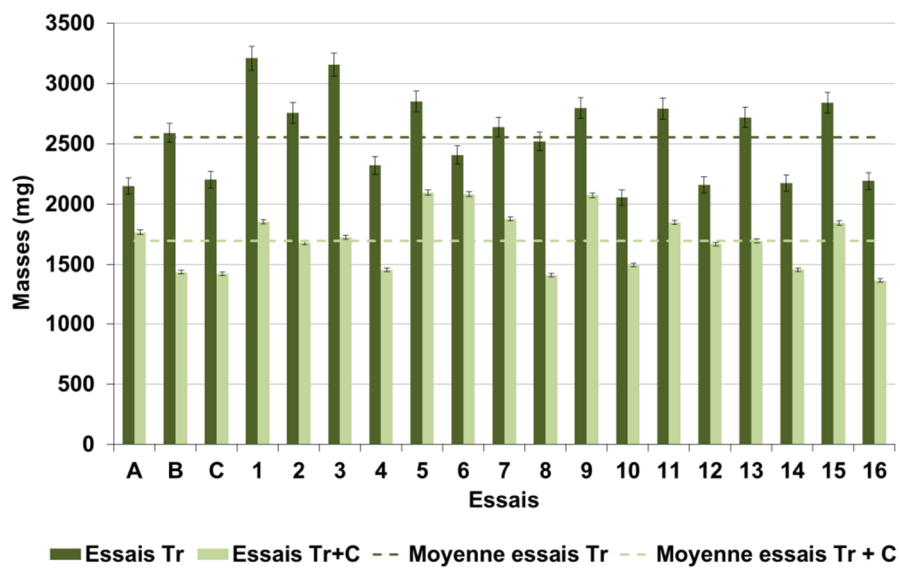


Figure 78 : Masse totales de microtraceur déposé dans l'élèveur (mg)

La Figure 79 représente la répartition de la masse des dépôts de microtraceur dans l'élèveur. Elle souligne la présence d'un phénomène de balayage de micro-ingrédient par le passage d'un lot collecteur sur l'ensemble des zones de prélèvement.

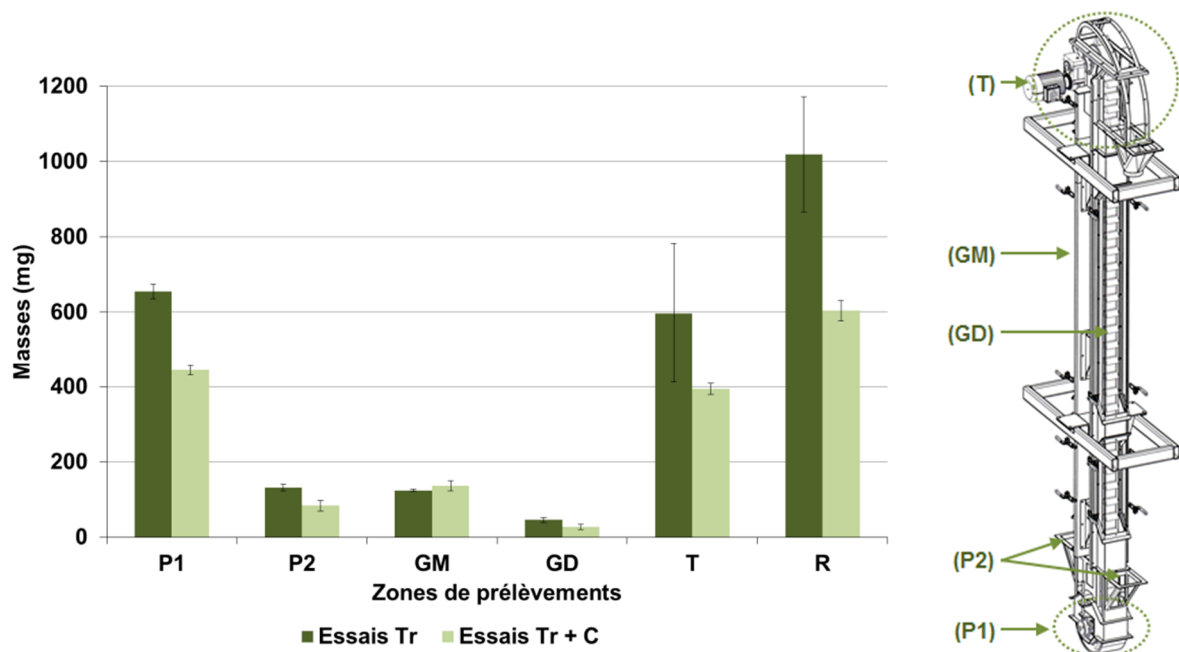


Figure 79 : Répartition du microtraceur déposé dans l'élèveur (mg)

Ces variations de masses entre les essais "traceur" et "traceur + collecteur" sont significatifs (Tableau 24), excepté pour les dépôts sur la gaine montante (GM). Les particules fines s'accumulent donc sur cette paroi verticale (augmentation de la masse de produit déposée) mais aucun phénomène de rinçage n'est observé (pas de variation notable de la masse de traceur).

	Critère de Student	Valeur critique à 95 % (table de Student)	Probabilité d'erreur	Différence Significative
masse totale	8,13	2,04	< 0,0001	Oui
P1	8,45	2,04	< 0,0001	Oui
P2	5,84	2,04	< 0,0001	Oui
GM	0,67	2,04	0,51	Non
GD	7,60	2,04	< 0,0001	Oui
T	3,65	2,04	0,001	Oui
R	7,40	2,04	< 0,0001	Oui

Tableau 24 : Analyse de comparaison des moyennes pour les masses de microtraceur déposées

D'autre part, comme pour la masse de produit, la répartition relative du microtraceur, en pourcentage de la masse totale déposée, sur les zones de prélèvement est inchangée entre les deux types d'essais (Figure 80).

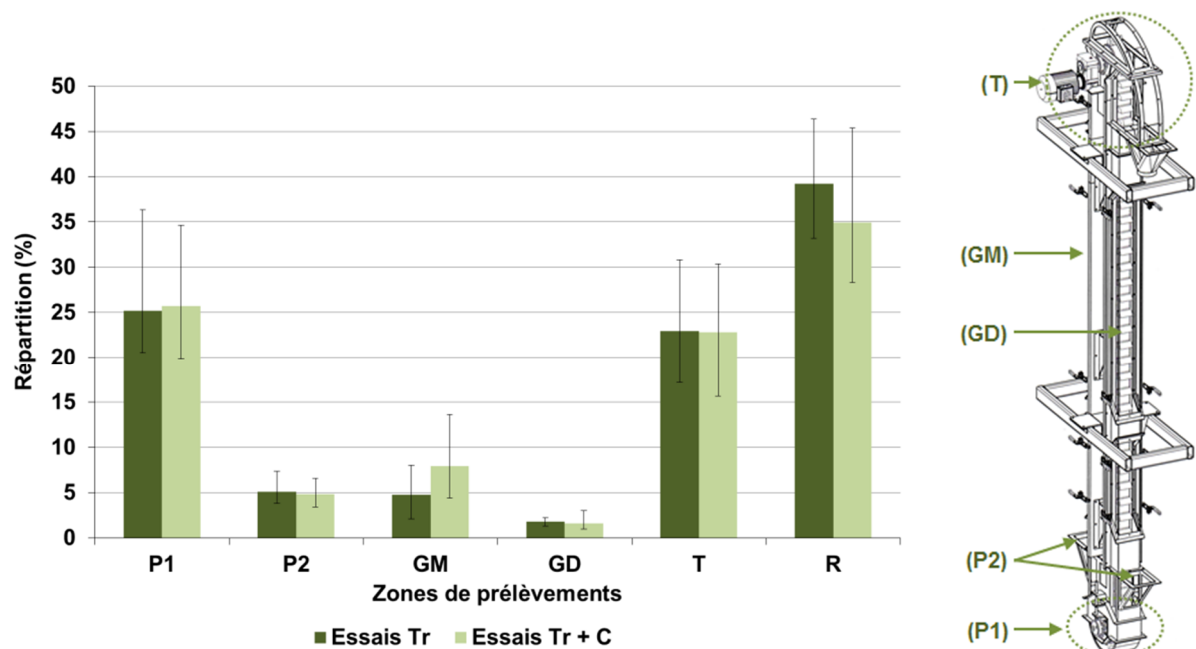


Figure 80 : Répartition relative du microtraceur déposé dans l'élévateur sur les zones de prélèvement (% de la masse totale de microtraceur dans les dépôts) – les barres verticales représentent les valeurs minimum et maximum

Cette répartition est relativement proche de celle observée pour la masse de dépôt (Figure 75, p.138). Ceci témoigne d'une répartition non-homogène du microtraceur dans les particules fines libérées de la matrice du produit pendant son transfert dans l'élévateur à godets.

L'étude et l'analyse des masses de produit et de microtraceur dans le système sont essentielles pour appréhender le phénomène de transferts inter-lots. Néanmoins, il est difficile de les mettre en relation avec des résultats obtenus sur les sites industriels. Aussi, deux grandeurs ont été mises en place : la capacité de dépôts et la capacité collectrice. Elles permettent non seulement de différencier chacun des processus de contamination croisée mais aussi de réaliser la liaison entre la station d'essais et les lignes de fabrication industrielles.

5.1.1.6. Capacités de dépôts et capacités collectrice

Ces valeurs sont utilisées dans le but de faciliter la comparaison entre le pilote et les sites industriels. La capacité de dépôts est la masse de microtraceur déposée par le lot traceur, par rapport à la masse de traceur initiale, exprimée en pourcentage. La capacité collectrice représente la masse de microtraceur collectée pendant le passage du lot collecteur, par rapport à la masse de traceur déposée par le lot traceur de l'essai correspondant (même configuration des paramètres procédés). La Figure 81 illustre les capacités de dépôts pour l'ensemble des essais.

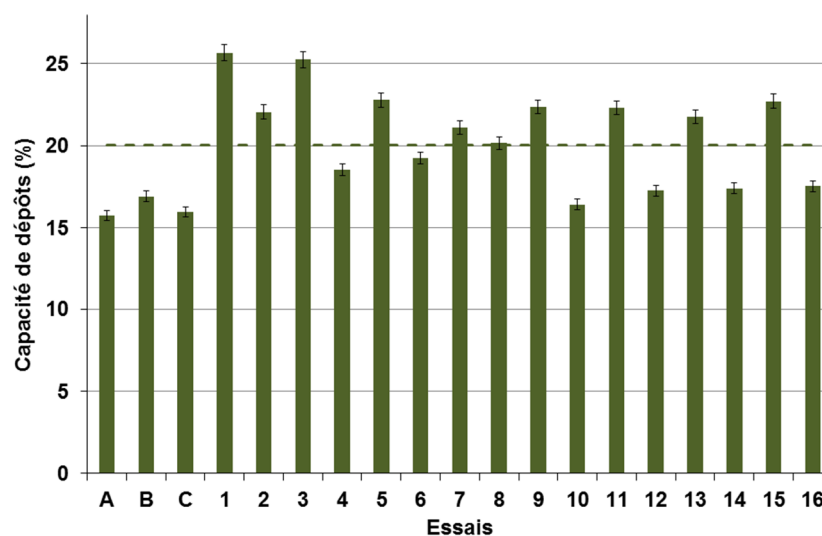


Figure 81 : Capacités de dépôts (%) calculées pour l'ensemble des essais réalisés

En moyenne, le transfert du produit par l'élévateur à godet génère la perte de 20% de la quantité de traceur initial. Dans le cas de la station d'essais, cette valeur représente 2,5 g mais pour une ligne de fabrication industrielle (5 tonnes à 250 ppm), elle correspond à un défaut de 250 g de micro-ingrédient (additif ou médicamenteux) dans l'aliment final (50 ppm). De plus, il est à noter que les essais effectués dans les conditions de référence (essais de répétabilité A, B et C) présentent les capacités de dépôts les plus basses. Il semblerait donc que les pratiques industrielles courantes ne soient pas optimales du point de vue de la contamination croisée.

De manière analogue, la Figure 82 expose les valeurs des capacités collectrices pour chaque essai.

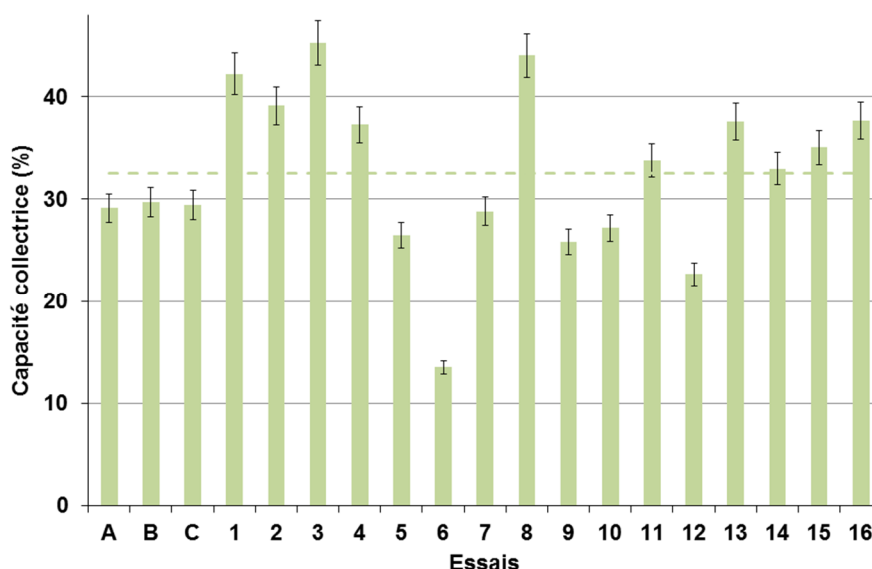


Figure 82 : Capacités collectrices (%) calculées pour l'ensemble des essais réalisés

En moyenne, le transfert d'un lot collecteur rince 32% de la masse de traceur initialement sur les parois ou en suspension dans l'installation. L'essai n°6 présente une capacité collectrice beaucoup plus faible que les autres sans qu'aucune explication claire n'ait pu être attribuée à ce résultat. Celui-ci peut aussi être la conséquence d'un artéfact, sur l'essai " traceur " et/ou sur son équivalent " traceur + collecteur ".

Ensuite, il est à noter que des configurations distinctes des paramètres du système conduisent à des capacités de dépôts similaires. Cependant, ces mêmes essais peuvent

correspondre à des capacités collectrices différentes, et inversement. Autrement dit, **les facteurs procédés qui agissent sur la quantité de traceur déposée par un lot traceur (capacité de dépôt) ne sont pas ceux qui modifient la quantité de traceur ramassée lors du passage d'un lot collecteur (capacité collectrice).**

5.1.1.7. Bilan

Les résultats présentés dans cette partie valident à la fois la station d'essais et le protocole élaboré bien qu'ils surestiment un peu les dépôts et leur concentration en microtraceur, par rapport aux moyennes industrielles. Cependant, ce point sera un avantage non négligeable dans l'étude de l'influence des paramètres puisqu'il mènera à une visualisation plus claire des effets des facteurs.

D'autre part, comme démontré dans la littérature, cet élévateur est effectivement un appareil de manutention qui retient une partie importante des aérosols générés par le transfert d'un pulvérulent, et entre autres les micro-ingrédients.

Ensuite, l'ensemble des résultats développés dans cette partie mettent en évidence d'une part l'accumulation des reliquats avec le passage des lots et d'autre part, le renouvellement de ces dépôts. Ce dernier point démontre en particulier l'intérêt de la décomposition du phénomène de transfert inter-lots en deux processus distincts : le dépôt pendant le passage d'un lot traceur, d'une part, et le " rinçage " lors du transfert d'un lot collecteur d'autre part.

Enfin, des différences de comportement, en fonction des facteurs stimulés au cours des différentes expérimentations, soulignent l'influence des positions de ces paramètres sur l'un et l'autre de ces mécanismes de contamination croisée.

L'étude des résultats du plan d'expériences, développés par la suite ci-après apportera des précisions sur ces effets.

5.1.2. Résultats du plan d'expériences

Dans cette partie, l'influence des paramètres procédés et des interactions d'ordre 1 (entre deux facteurs) sur les quantités de microtraceur déposées lors du passage du lot traceur

et balayées par le lot collecteur sont étudiés. Les facteurs identifiés (Tableau 20 p 110) sont examinés au regard de leur action sur ces réponses. Tout d'abord, les effets des facteurs et des interactions sont calculés. Seules les valeurs supérieures aux incertitudes sont conservées. Le diagramme de Pareto est ensuite construit afin d'évaluer la contribution des facteurs et des interactions sélectionnés à la réponse étudiée. Cet outil est une base pour sélectionner les effets représentant au moins 90 % de la réponse considérée. Ceux-ci sont validés, par la suite, via une comparaison statistique des moyennes.

5.1.2.1. Influence des facteurs sur la masse de microtraceur déposée

La Figure 83 représente le diagramme de Pareto pour la masse de microtraceur déposée. Le type de vidange (V) représente plus de 68 % de la réponse. De plus l'angle de la bavette de jetée (B) joue un rôle notable, en interaction avec le type de vidange (B*V). Enfin, l'espace entre les godets et la gaine (G) influence aussi la quantité laissée dans le système.

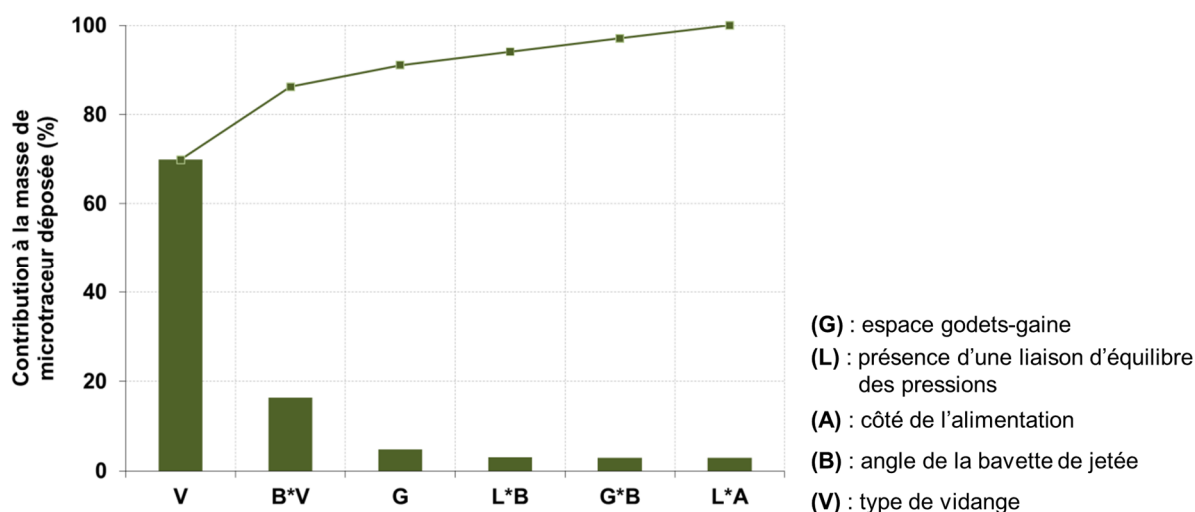


Figure 83 : Contribution des facteurs et des interactions (diagrammes de Pareto) à la masse de microtraceur déposée (%)

La Figure 84 détaille les effets des facteurs seuls sur la masse totale de microtraceur déposée. Il apparaît clairement que le mode de vidange est le paramètre le plus influent. Par exemple, lorsqu'elle est de type centrifuge (niveau +1), la masse de traceur déposée augmente de 275g par rapport à la valeur moyenne sur les 16 essais traceurs du plan d'expériences. Par conséquent, un lot collecteur récupérant l'intégralité du traceur déposé, aurait une

concentration de 5,5 ppm à la sortie de l'élévateur. Ceci mènerait à une augmentation du niveau de contamination de 2,2 points.

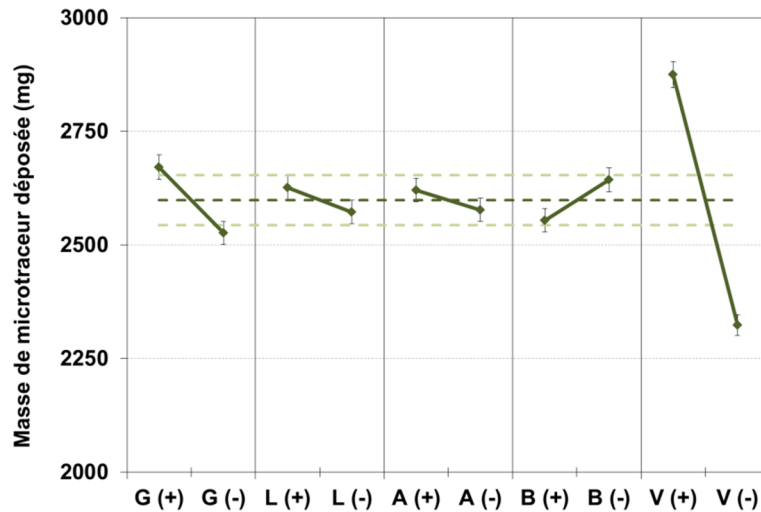


Figure 84 : Effet des facteurs seuls sur la masse de microtraceur déposée (mg)

De manière analogue, la Figure 85 permet de quantifier les effets de l'interaction entre la bavette de jetée (B) et le type de vidange (V). Ils mettent en lumière comment un paramètre peu (ou pas) influent peut le devenir ou être amplifié, lorsqu'il est stimulé avec un autre paramètre. Par exemple, l'angle de la bavette de jetée (B) n'a pas d'influence notable seul mais, lorsqu'il est au niveau +1 (proche des godets), il accentue l'effet de la vidange.

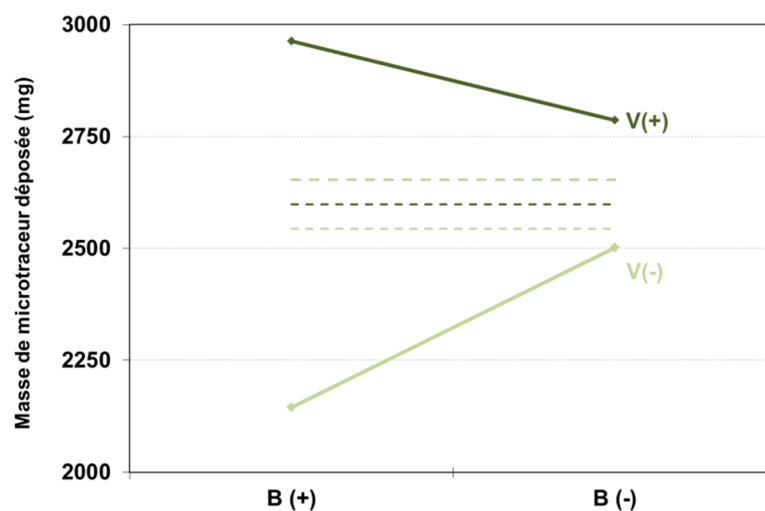


Figure 85 : Effets des interactions d'ordre un (entre 2 facteurs) sur la masse de microtraceur déposée (mg)

La Figure 86 illustre d'une manière différente cette influence de l'interaction B*V sur la masse de microtraceur déposée. Ce graphique montre clairement l'intérêt d'un angle de bavette de jetée réduit et d'une vidange de type mixte pour réduire la capacité de dépôts.

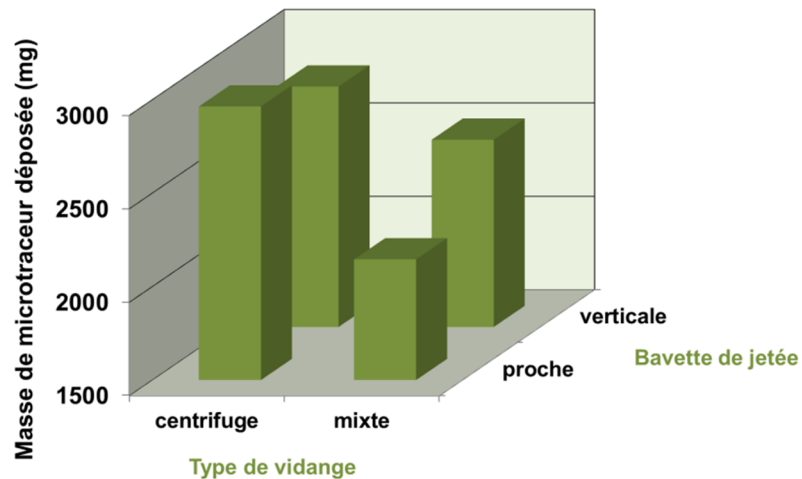


Figure 86 : Influence de l'interaction B*V sur la masse de microtraceur déposée (mg)

Cependant, tous les paramètres testés ne sont pas facilement modifiables en usine. Par conséquent, il est nécessaire de mesurer l'action de l'un des deux paramètres si l'autre est fixé (car il ne peut être modifié aisément sur un site industriel), par une comparaison statistique des moyennes (Tableau 25).

Ces résultats mettent en évidence que la position de la bavette de jetée n'agit pas sur la quantité de microtraceur déposé lorsque la vidange est de type centrifuge. Effectivement, les résultats obtenus ne sont pas significativement différents. Autrement dit, les deux combinaisons (proche/centrifuge et verticale/centrifuge) correspondent aux mêmes groupes statistiques.

Contraste étudié	Critère de Student	Valeur critique à 95 % (table de Student)	Probabilité d'erreur	Différence Significative
proche/centrifuge vs proche/mixte	6,839	2,179	< 0,0001	Oui
proche/centrifuge vs verticale/mixte	3,862	2,179	0,002	Oui
proche/centrifuge vs verticale/centrifuge	1,483	2,179	0,164	Non
verticale/centrifuge vs proche/mixte	5,356	2,179	0,000	Oui
verticale/centrifuge vs verticale/mixte	2,379	2,179	0,035	Oui
verticale/mixte vs proche/mixte	2,977	2,179	0,012	Oui

Modalités de la bavette de jetée (B) et du type de vidange (V)	masse moyenne de μT déposée (mg)	Groupes	
proche/centrifuge	2963	A	
verticale/centrifuge	2786	A	
verticale/mixte	2501		B
proche/mixte	2145		C

Tableau 25 : Analyse statistique de comparaison des moyennes de l'interaction B*V sur la masse de microtraceur déposée

Cependant, dans le cas d'une vidange mixte, la position de la bavette de jetée devient importante. De même, lorsque l'angle de la bavette de jetée n'est pas modifiable, il est préférable de transférer le produit avec des débits d'alimentation (vis) et de transfert (sangle) correspondant à une vidange de type mixte. Ceci est d'autant plus vrai lorsque la bavette est au plus proche des godets.

5.1.2.2. Influence des facteurs sur la masse de microtraceur collectée

Comme souligné dans l'étude des résultats globaux, les facteurs influençant la masse de microtraceur déposée sont différents de ceux qui affectent la quantité balayée lors du passage du lot collecteur. Le diagramme de Pareto concernant cette dernière (Figure 87) montre que 80 % de la réponse sont représentés par :

- l'espace entre les godets et la gaine (G),
- le type de vidange (V),
- l'interaction entre la présence de la liaison et le type de vidange (L*V),
- l'interaction entre la bavette de jetée et le type de vidange (B*V).

Pareillement à la masse de microtraceur déposée, seuls les effets dont la valeur est supérieure aux incertitudes sont indiqués sur ce graphique.

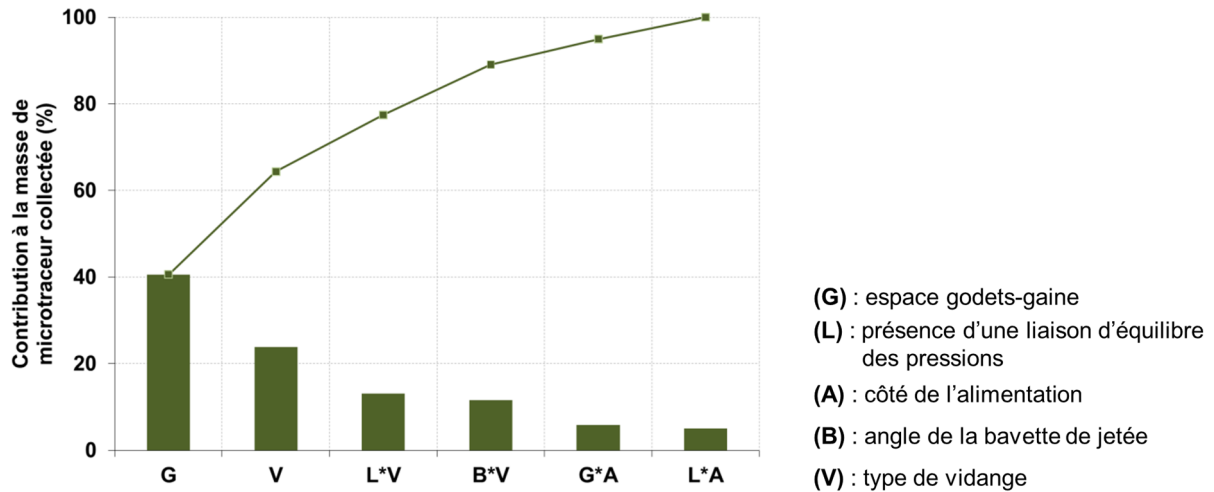


Figure 87 : Contribution des facteurs et des interactions (diagramme de Pareto) à la masse de microtraceur collectée (%)

Ainsi, même si les dépôts, de produit et de microtraceur sur les gaines, montante et descendantes représentent qu'une très faible partie des dépôts sur l'ensemble de l'élévateur (Figure 74 p.137 et Figure 79 p.143), la dimension de ces gaines semble avoir un rôle prépondérant sur la quantité globale de microtraceur balayée par le passage d'un lot collecteur.

La Figure 88 illustre les effets des facteurs seuls sur la masse de microtraceur collectée. Seulement deux facteurs ont une influence suffisamment supérieure à l'incertitude liée au calcul de cette grandeur : l'espace entre les godets et la gaine (G) et le type de vidange (V). Les autres facteurs sont donc considérés comme n'ayant aucun effet.

Un espace plus large entre la gaine et les godets augmenterait le balayage des aérosols déposés sur l'ensemble de l'élévateur. L'étude détaillée de l'influence de ces facteurs sur chacune des zones de prélèvement a mis en évidence que son action se situe essentiellement au niveau de la tête de l'élévateur. Ainsi, la modification de la distance godet/gaine modifierait les écoulements d'air pendant le processus de vidange, et favoriserait le décrochage des dépôts au niveau de la tête de l'élévateur.

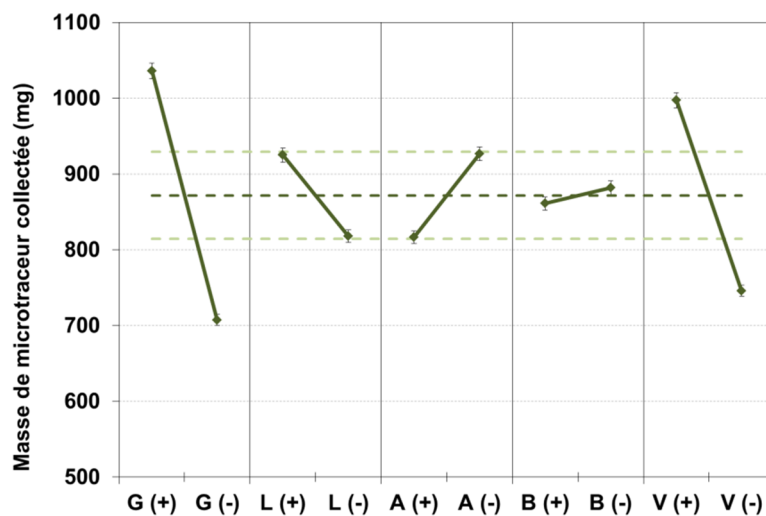


Figure 88 : Effets des facteurs seuls sur la masse de microtraceur collectée (mg)

La Figure 89 montre l'influence des interactions d'ordre 1 entre les facteurs sur cette même réponse : de manière analogue, à la masse de microtraceur déposée, une configuration sans liaison d'équilibre des pressions entre les brins (L au niveau -1) et/ou une bavette de jetée placée au plus proche des godets (B au niveau +1) amplifie significativement l'effet du type de vidange.

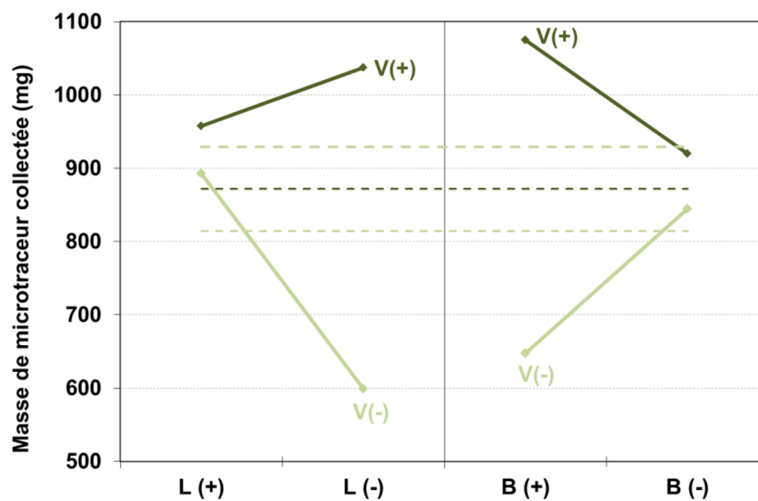


Figure 89 : Effets des interactions d'ordre 1 (entre 2 facteurs) sur la masse de microtraceur collectée (mg)

La Figure 90 illustre d'une façon plus visuelle l'effet des interactions d'ordre 1 évoquées ci-dessus.

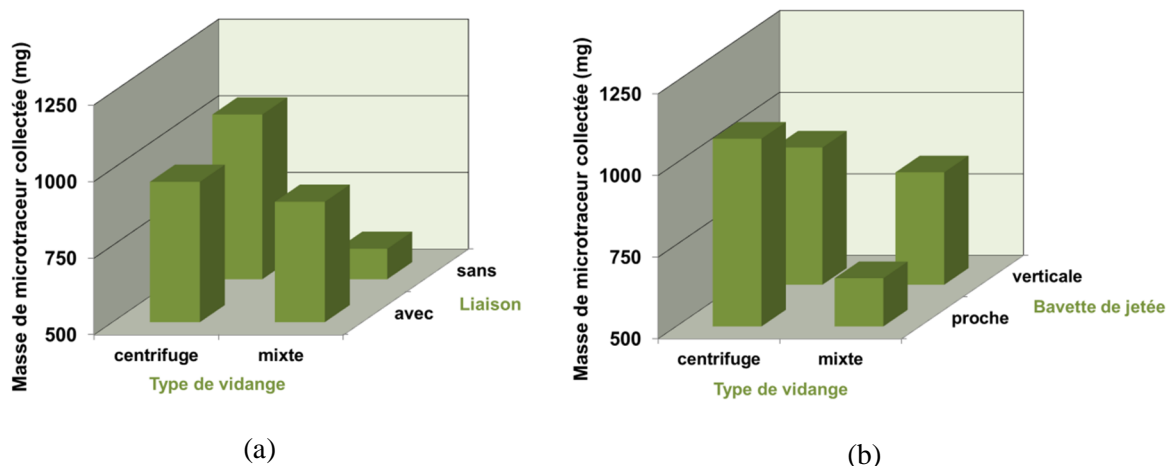


Figure 90 : Interactions d'ordre 1 influentes sur la masse de microtraceur collectée (mg) : Liaison/Vidange (a) et Bavette de jetée/Vidange (b)

La comparaison statistique des moyennes permet de valider, ou d'infirmer, la significativité des différences observées. Elle met en lumière les modifications pertinentes des paramètres identifiés, en fonction d'éventuelles contraintes industrielles (un paramètre ne pouvant pas être modifié). Le Tableau 26 concerne l'interaction entre la liaison et le type de vidange (L*V). Les actions conjointes de la bavette de jetée et du type de vidange (B*V) sont traitées dans le Tableau 27.

Contraste étudié	Critère de Student	Valeur critique à 90 % (table de Student)	Probabilité d'erreur	Différence Significative
avec/mixte vs sans/mixte	2,305	1,782	0,040	Oui
avec/mixte vs avec/centrifuge	0,761	1,782	0,462	Non
avec/mixte vs sans/centrifuge	0,418	1,782	0,683	Non
sans/centrifuge vs sans/mixte	1,887	1,782	0,084	Oui
sans/centrifuge vs avec/centrifuge	0,343	1,782	0,738	Non
avec/centrifuge vs sans/mixte	1,545	1,782	0,148	Non

Modalités de la liaison (B) et du type de vidange (V)	Masse moyenne de μT collectée (mg)	Groupes	
avec/mixte	1037	A	
sans/centrifuge	958	A	
avec/centrifuge	893	A	B
sans/mixte	599		B

Tableau 26 : Comparaison statistique des moyennes pour l'interaction L*V sur la masse de microtraceur collectée

Type de vidange non modifiable

La présence ou non de la liaison d'équilibre des pressions entre les brins de l'élèveur n'apporte pas de différence significative pour une vidange centrifuge (rapide). En effet, ces deux combinaisons (avec/centrifuge et sans/centrifuge) conduisent aux mêmes groupes statistiques. Au contraire, lorsque le transfert est plus lent (vidange de type mixte), la quantité de microtraceur collectée est presque doublée avec une liaison. L'étude détaillée de cette combinaison de facteurs sur chaque zone de prélèvement a mis en évidence son action essentiellement au niveau du pied de l'élèveur.

Présence de la liaison non modifiable

Une modification du mode de vidange ne modifie pas de manière significative la masse de microtraceur collectée lorsqu'une liaison est présente. Cependant, en absence de liaison entre les brins de l'élèveur, une vidange de type mixte réduit la quantité de micro-ingrédients collectée. Au contraire, cette dernière serait augmentée avec une vidange centrifuge.

Contraste étudié	Critère de Student	Valeur critique à 90 % (table de Student)	Probabilité d'erreur	Différence Significative
proche/centrifuge vs proche/mixte	6,839	1,782	< 0,0001	Oui
proche/centrifuge vs verticale/mixte	3,862	1,782	0,002	Oui
proche/centrifuge vs verticale/centrifuge	1,483	1,782	0,164	Non
verticale/centrifuge vs proche/mixte	5,356	1,782	0,000	Oui
verticale/centrifuge vs verticale/mixte	2,379	1,782	0,035	Oui
verticale/mixte vs proche/mixte	2,977	1,782	0,012	Oui

Modalités de la liaison (B) et du type de vidange (V)	Masse moyenne de μ T collectée (mg)	Groupes		
proche/centrifuge	2963,198	A		
verticale/centrifuge	2785,881	A		
verticale/mixte	2501,421		B	
proche/mixte	2145,375			C

Tableau 27 : Comparaison statistique des moyennes pour l'interaction B*V sur la masse de microtraceur collectée

Angle de la bavette de jetée non modifiable

Quelle que soit la position de la bavette de jetée, la quantité de microtraceur collectée est moins importante dans le cas d'une vidange de type mixte.

Type de vidange non modifiable

Une modification de l'angle de la bavette de jetée ne modifie pas de manière significative la masse de microtraceur collectée lorsque la vidange est de type centrifuge. Cependant, dans le cas d'une vidange mixte, l'angle de la bavette joue un rôle important.

5.1.2.3. Positions optimales des paramètres

L'identification des facteurs influents et la détermination de leurs effets a permis de définir des positions optimales de l'élévateur, en fonction des objectifs industriels.

Dans le but de réduire les transferts inter-lots, un industriel va tout d'abord chercher à réduire au maximum la masse de traceur déposée. En ce qui concerne la quantité ramassée lors du passage du lot collecteur, deux possibilités ont été identifiées, en fonction du positionnement du lot dans la séquence de production " à risque ".

Si le lot " collecteur " est le dernier de cette séquence, l'objectif va être de nettoyer le système au maximum avant de débiter une séquence différente (ne contenant pas le produit représenté par le traceur). Par conséquent, la masse collectée sera maximisée. Au contraire, si le lot " collecteur " est le premier d'un nouveau séquençement de production, destiné à un animal non cible, cette quantité devra être minimisée. Les positions optimales des paramètres en fonction de ces différents objectifs sont détaillées dans le Tableau 28.

Facteurs	maximiser la masse de μT déposée	minimiser la masse de μT déposée	maximiser la masse de μT collectée	minimiser la masse de μT collectée
G	(+ 1) : grandes	(- 1) : petites	(+ 1) : grandes	(- 1) : petites
L	x	x	(- 1) : sans	(- 1) : sans
A	x	x	x	x
B	(+ 1) : proche	(+ 1) : proche	(+ 1) : verticale	(+ 1) : verticale
V	(+ 1) : centrifuge	(- 1) : mixte	(+1) : centrifuge	(- 1) : mixte

Tableau 28 : Positions optimales des paramètres pour maximiser ou minimiser les masses de microtraceur déposées et collectées – **facteurs et interactions dont les effets sont prioritaires**. Les " x " sont des positions impossibles à déterminer compte tenu des incertitudes

Ces résultats démontrent l'importance d'une bonne gestion du type de vidange, c'est-à-dire du débit d'alimentation et de la vitesse de transfert du produit (vitesse de la sangle). En effet, comme illustré par la Figure 91, une vidange de type centrifuge (vitesse de sangle = 2 m/s) augmente la masse de microtraceur déposée sur l'intégralité des lieux de prélèvement, et en particulier au niveau de la tête de l'élévateur (T).

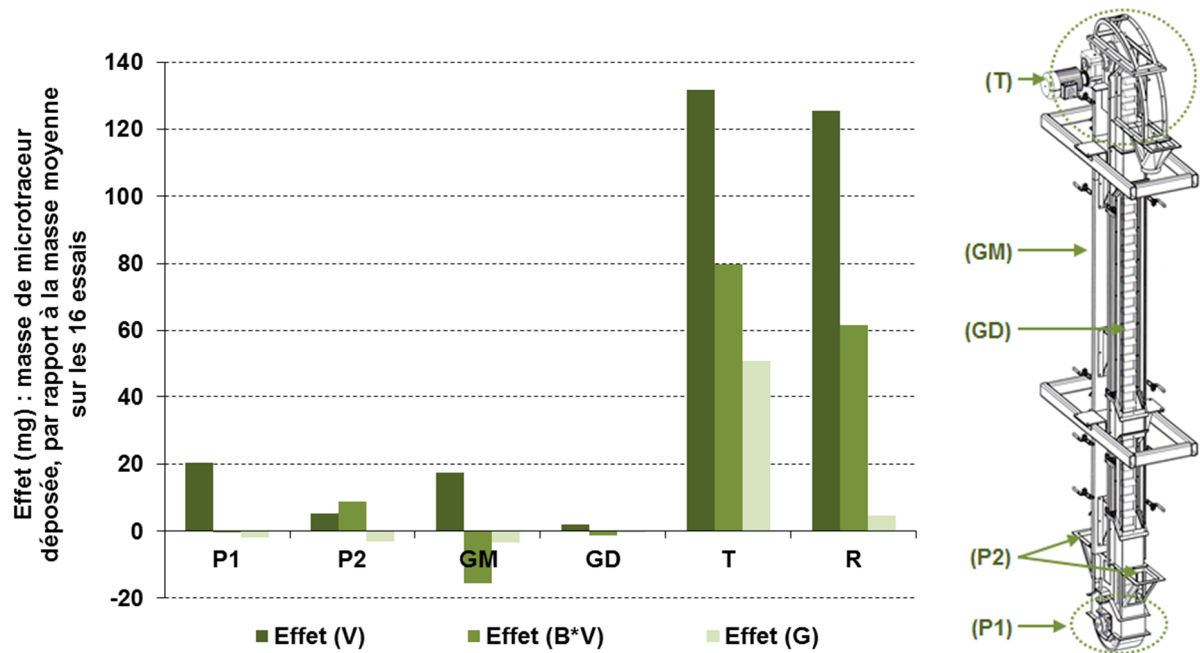


Figure 91 : Répartition des principaux effets sur les différentes zones de prélèvement

5.1.3. Modèle théorique prévisionnel

À partir des résultats des essais du plan factoriel fractionnaire, il est possible de construire un modèle théorique, basé sur un calcul matriciel. Il permet de prévoir les réponses des essais non réalisés du plan factoriel complet.

La Figure 92 illustre les résultats du modèle concernant la masse de microtraceur déposée lors du transfert d'un lot traceur. Les lignes pointillées représentent respectivement $+2\sigma$, $+\sigma$, $-\sigma$, -2σ , où σ est l'écart type des résidus.

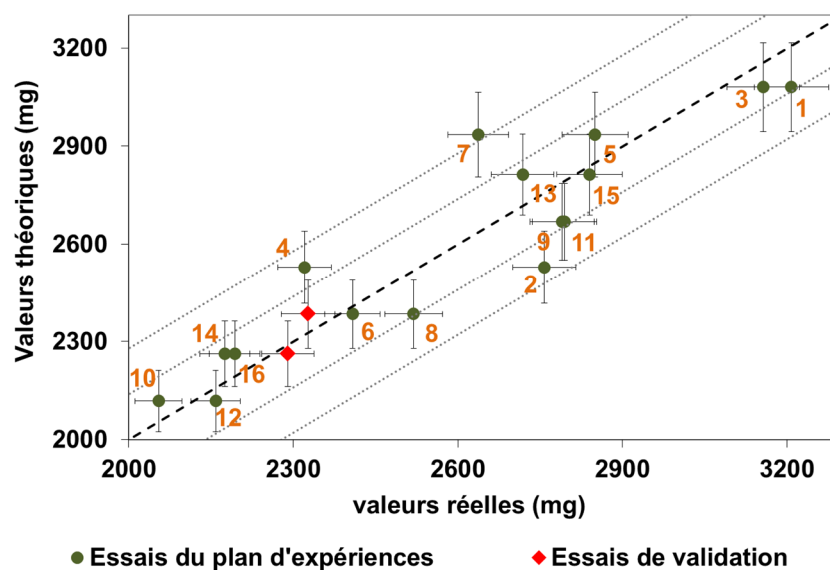


Figure 92 : Modèle théorique pour la masse de microtraceur déposée par le passage d'un lot traceur

Un modèle théorique est validé lorsque 68% des points sont compris entre les premières droites de résidus ($\pm \sigma$) et 95 % entre les secondes droites de résidus ($\pm 2\sigma$). Dans le cas de cette étude (16 essais), 11 essais (au moins) du plan factoriel fractionnaire (représentés en vert sur les graphiques) doivent être entre les premières droites de résidus et 15 entre les secondes : les deux modèles prévisionnels sont donc validés.

Les deux essais de validation du plan complet ont été réalisés, et les valeurs (en rouge sur les graphiques) concordent relativement bien avec les modèles théoriques élaborés. Les positions des paramètres de ces essais ont été définies en fonction d'autres critères que ceux développés dans cette étude. Par conséquent, ils ne font pas référence à des valeurs théoriques extrêmes pour les masses de microtraceur déposées et collectées.

Les essais 1 et 3, présentent les masses de dépôts de microtraceur, réelles et théoriques, les plus élevées. Ils correspondent effectivement aux positions optimales des facteurs identifiés comme maximisant la quantité de micro-ingrédients déposée (grandes gaines, bavette proche des godets et vidange centrifuge). De manière analogue, les essais 10, 12, 14 et 16 ont été exécutés dans des conditions défavorables aux dépôts de traceur dans le système et correspondent, de fait, aux dépôts de microtraceur les plus faibles.

La Figure 93 représente le modèle théorique concernant la masse de microtraceur ramassée par le passage d'un lot collecteur. Les résultats de ce modèle sont aussi très satisfaisants. Les valeurs extrêmes correspondent aux positions des facteurs identifiées lors de

l'analyse des résultats du plan d'expériences. À noter cependant que l'essai n°6, qui correspondait à une capacité collectrice beaucoup plus faible que celles obtenues pour les autres essais (p 145), répond plutôt bien aux critères de validation du modèle. Ce point n'est donc pas aberrant.

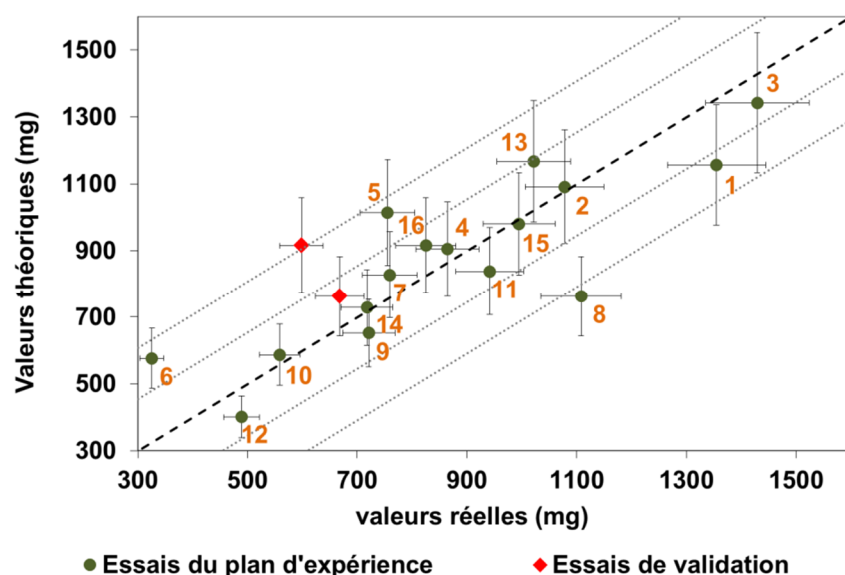


Figure 93 : Modèle théorique pour la masse de microtraceur collectée lors du passage d'un lot collecteur

Pour les paramètres qualitatifs (gaines, angle de la bavette de jetée et type de vidange), il est possible de calculer les valeurs aux positions intermédiaires. Par exemple, les valeurs théoriques ont été calculées pour les essais de répétabilité, réalisés avec un espace entre les godets et la gaine compris entre les niveaux (+1) et (-1) de ce facteur dans le plan d'expériences. Ce niveau intermédiaire prend alors la forme d'un "0" dans la matrice d'expériences. Ces résultats sont comparés aux valeurs réelles (moyennes sur les trois essais) dans le Tableau 29. Les écarts observés sont largement acceptables.

	Théoriques	Réelles	erreur (% de la valeur réelle)
masse de microtraceur déposée (mg)	2190	2315	5,4
masse de microtraceur collectée (mg)	751	772	2,7

Tableau 29 : Estimation des masses de microtraceurs déposée et collectée pour les essais de répétabilité

Néanmoins, les estimations pour les positions intermédiaires des facteurs sont évaluées sous l'hypothèse de linéarité entre leurs niveaux extrêmes.

Dans le cas de la gaine, celle-ci peut être validée par la comparaison des résultats des essais de répétabilité (réalisés avec un espace godets-gaine intermédiaires, noté "0") avec leurs équivalents correspondants aux niveaux extrêmes de ce paramètre, notés respectivement "-1" et "+1" (Figure 94).

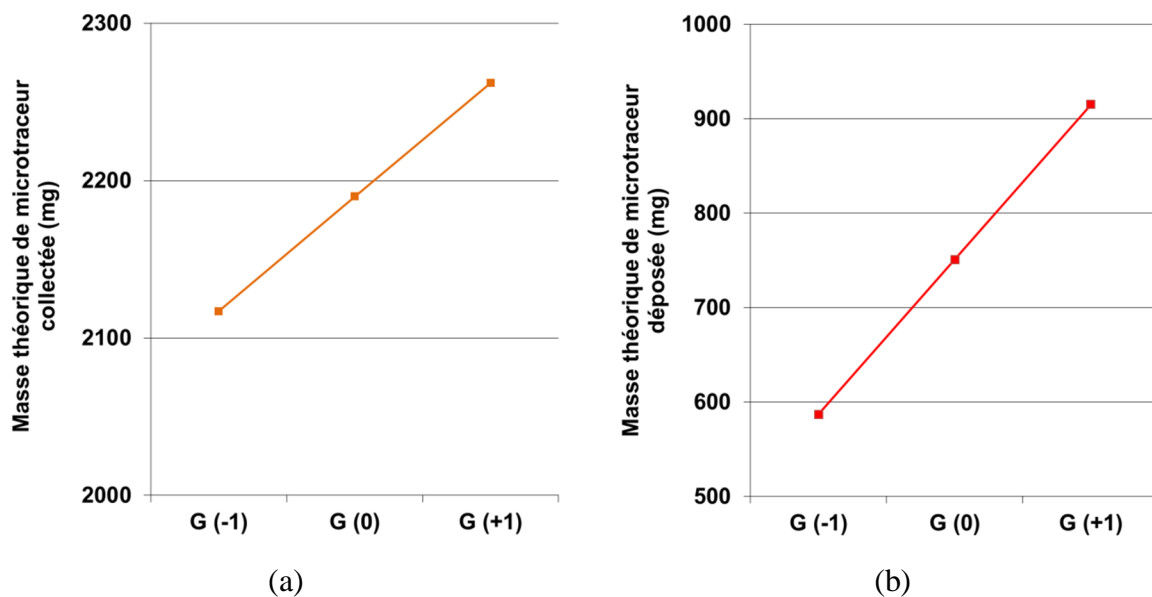


Figure 94 : Linéarité du facteur G pour les masses de microtraceur déposée (a) et collectée (b)

Cependant, d'autres facteurs peuvent avoir un effet quadratique. Afin de le vérifier, il faudrait réaliser quelques essais supplémentaires (dans ces positions intermédiaires) et éventuellement construire un plan d'expériences composite qui fournirait une surface de réponse quadratique.

En conclusion, la construction de ces modèles permet la prévision des masses de traceur déposées puis collectées pour tous les essais du plan d'expériences complet, avec une marge d'erreur acceptable. Dans le but de valider ces modèles en situation réelle, deux essais sur des élévateurs post-mélangeurs industriels, puis sur pilote dans les mêmes conditions ont été mis en œuvre.

5.1.4. Essais de validation sur sites industriels

L'étape de validation sur sites industriels comporte 2 phases :

- Essais " Traceur " sur site industriel (usines volontaires)
- Essais " Traceur " sur station d'essais, dans des positions de paramètres similaires et avec le même aliment

Pour comparer aisément les résultats obtenus en usines et sur pilote, la capacité de dépôt a été utilisée. Cette grandeur représente la quantité de traceur déposée dans le système par rapport à la masse initiale introduite dans le système, exprimée en pourcentage.

Les capacités calculées (Figure 95) sont du même ordre de grandeur. Ceci est un point très satisfaisant qui valide une nouvelle fois le banc d'essai quant à sa représentation industrielle.

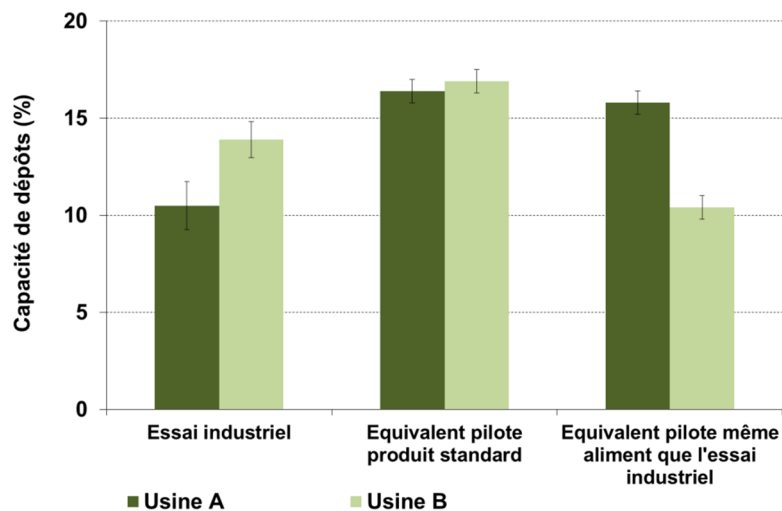


Figure 95 : Capacités de dépôts pour les essais sur sites industriels et leurs équivalents sur pilote avec les mêmes aliments puis avec le produit de référence

Cependant, la comparaison entre les essais sur site et leurs équivalents sur pilote mettent en évidence les difficultés qui existent à simuler la réalité industrielle. Par exemple, la capacité de dépôt de l'usine A est inférieure à celle observée sur pilote. Ceci s'explique en grande partie par le dispositif d'aspiration des particules mis en place sur l'élévateur industriel. La présence de cet appareil réduit fortement la quantité de particules fines mises en

suspension et est susceptible de décrocher une partie des dépôts sur les gaines et les godets par les vibrations qu'il engendre.

Au contraire, l'élévateur de l'usine B possédait des dispositifs d'aspiration non opérationnels, offrant de nombreuses zones mortes favorables aux reliquats. Par conséquent la capacité de dépôt mesurée en usine est supérieure à celle observée sur le pilote.

D'autre part, il est à noter que les quantités relatives de microtraceur déposé, sur pilote, avec le produit de référence et l'aliment de l'usine A sont relativement proches. Ce qui n'est pas le cas de l'aliment de l'usine B. Ceci souligne clairement l'influence des paramètres liés au produit manutentionné.

La construction d'une matrice de corrélation de Pearson sur ces 4 essais (Figure 96) a mené à identifier les caractéristiques physiques des aliments susceptibles d'impacter la capacité de dépôts. Il existerait donc un lien entre cette grandeur et les caractéristiques granulométriques du produit (diamètre médian en masse et taux de particules fines), ses propriétés d'écoulement (masses volumiques) ainsi que sa propension à générer des aérosols (émissivité). Bien entendu cette matrice a été construite à partir des résultats de quatre essais seulement. Les conclusions ne peuvent donc pas être validées directement. Il faudrait pour cela effectuer ces mêmes essais avec plusieurs aliments ou produits dont les caractéristiques physiques varient de l'un à l'autre. Néanmoins, ces résultats sont en accord avec la littérature et les observations industrielles.

	$C_{\text{dép}}$	d_{50}	pf < 200 μm	pf < 125 μm	ρ_{appare}	$\rho_{\text{tassée}}$	ATE	Émissivité	Taux de MG
$C_{\text{dép}}$	1
d_{50}	-1,000	1
pf < 200 μm	0,913	-0,904	1
pf < 125 μm	0,579	-0,560	0,861	1
$\rho_{\text{apparente}}$	-0,820	0,833	-0,516	-0,008	1
$\rho_{\text{tassée}}$	-0,763	0,777	-0,433	0,086	0,996	1	.	.	.
Angle de talus	-0,201	0,223	0,216	0,683	0,725	0,787	1	.	.
Émissivité	0,657	-0,674	0,293	-0,235	-0,970	-0,989	-0,870	1	.
Taux de MG	-0,555	0,537	-0,846	-1,000	-0,020	-0,114	-0,703	0,262	1

Figure 96 : Matrice de corrélations de Pearson (pf : particules fines)

5.1.5. Bilan de l'étude expérimentale des transferts inter-lots

Les essais réalisés sur la station d'essais ont tout d'abord montré une accumulation des dépôts de produit avec le passage des lots successifs. Des analyses granulométriques ont ensuite souligné la finesse de ces reliquats (particules de diamètre inférieur à 200 μm).

L'étude détaillée du comportement des micro-ingrédients a confirmé la présence du phénomène de transfert inter-lots de micro-ingrédients et a démontré l'intérêt de le décomposer en deux phases, à étudier séparément : le dépôt de micro-ingrédient pendant le passage d'un lot " traceur ", et son balayage au cours du transfert du lot " collecteur ".

De plus, les résultats obtenus ont mis en exergue la répartition similaire des dépôts de produit et de micro-ingrédients dans l'élévateur (par rapport aux masses totales déposées). En particulier, le pied (P1) et la tête (T) de l'élévateur représentent chacun environ 30 % des masses totales déposées.

Ensuite, les concentrations mesurées sur chacune des zones de prélèvement ont confirmé le caractère concentrateur de l'élévateur à godets : elles sont en moyenne 7 fois supérieures dans les dépôts à la concentration initiale du lot traceur (250 ppm) après le passage de celui-ci et demeurent 4 fois supérieures après le transfert d'un lot collecteur.

Enfin, des masses de dépôts, de produit et de micro-ingrédients, différentes ont été observées sur les essais, réalisés dans des configurations différentes de l'élévateur à godets. Ceci démontre que la conduite de certains paramètres procédés influence le phénomène de contaminations croisées.

L'exploitation des résultats du plan d'expériences a permis d'identifier les principaux paramètres procédés qui influencent, seuls ou en interaction, les dépôts de micro-ingrédients dans l'élévateur, et de quantifier leurs effets éventuels. Ces derniers ont par la suite pu être confirmés par la construction d'un modèle prévisionnel, et la réalisation d'essais de validation sur la station pilote. Ce modèle prédit donc, avec une précision acceptable les quantités de microtraceur déposées, puis collectées, en fonction des positions des différents paramètres de l'élévateur à godets.

Enfin, des essais réalisés sur 2 appareils industriels, puis sur le pilote, dans des conditions similaires et avec les mêmes aliments, ont mis en évidence la représentativité plutôt satisfaisante du protocole laboratoire. Cependant, des différences comportementales

dues aux contraintes non contrôlables des dispositifs industriels (système d'aspiration des particules fines en fonctionnement pendant le transfert, zones de dépôts supplémentaires,...) ont été observées. Celles-ci soulignent la difficulté de comparer des résultats sur sites et sur pilote et démontrent l'intérêt de l'utilisation d'une station d'essais pour l'étude comportementale.

Le chapitre suivant expose les investigations menées, par le biais de mesures physiques, pour comprendre comment les principaux facteurs identifiés influencent les dépôts dans le système.

5.2. Déplacements d'air et d'aérosols dans le système

5.2.1. Vitesse de l'air dans les brins de l'élévateur

La plupart des concepteurs, constructeurs et utilisateurs d'élévateurs à godets de l'alimentation animale considèrent cet appareil comme un grand "ventilateur", à l'origine d'un écoulement d'air important, généré par le passage des godets, en particuliers au niveau des brins montant et descendant. Les observations visuelles des aérosols générés, au cours des essais, semblent cependant indiquer un comportement différent : en effet, les particules fines désolidarisées de la matrice du produit, ne sont pas (ou peu) entraînées par un écoulement d'air et chutent à des vitesses relativement lentes, "comme des flocons de neige".

Des mesures instantanées des vitesses de l'air (manomètres haute sensibilité, de marque Furness, ± 50 Pa)), sur toute la hauteur des brins montant et descendant de l'élévateur, en proche paroi puis à environ 1,5 cm de cette dernière, ont mis en évidence des vitesses d'air relativement faibles. Effectivement, les résultats obtenus en proche paroi sont proche de zéro. À 1,5 cm de la paroi, autrement dit, proche de la zone de passage des godets, les vitesses mesurées sont relativement faibles (0,7 m/s en moyenne) et montrent des variations importantes, de 0 à 2,5 m/s (Figure 97) soit dans le même ordre de grandeur que la vitesse de sangle.

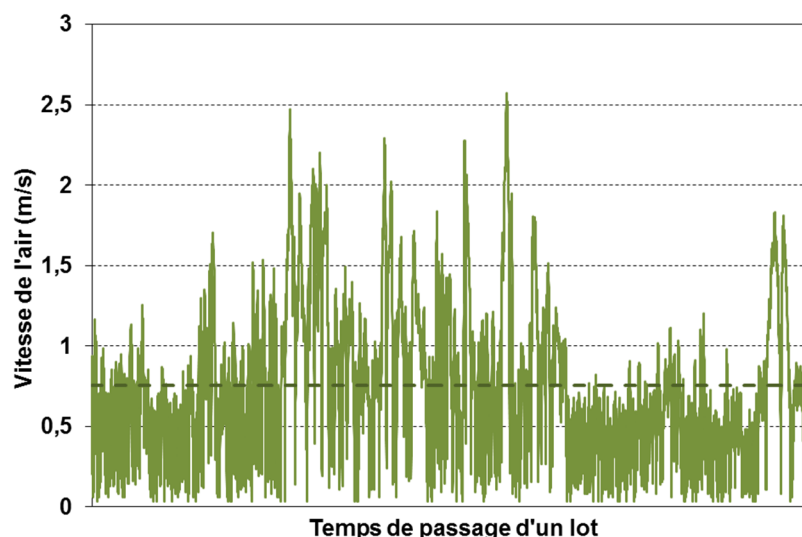


Figure 97 : Vitesse d'air dans le brin montant de l'élévateur pilote (1,5 cm de la paroi), pendant le passage d'un lot de produit de référence : trait plein : vitesse instantanée, pointillés : vitesses moyenne sur la durée du passage d'un lot

Des analyses spectrales, par transformées de Fourier rapides (FFT), ont été réalisées, de façon à mettre en évidence des fréquences identiques sur les signaux, cependant aucun résultat pertinent n'a pu être obtenu. L'écoulement d'air, dans les gaines de l'élévateur n'a donc pas de fréquence dominante et ces oscillations sont donc dues, entre autre, à l'instabilité de l'élévateur à godets, fortement soumis aux paramètres extérieurs (courants d'air, vibrations, dépressions...). Ceci est d'autant plus vrai dans le cas d'un élévateur industriel où une vidange du mélangeur, par exemple, peut engendrer un courant d'air important dans tout l'appareil.

5.2.2. Écoulements d'air, de produits et d'aérosols pendant la jetée

Les facteurs influents sur les masses de micro-ingrédients déposées par le lot traceur puis ramassées lors du passage du lot collecteur, identifiés dans la partie précédente, sont étudiés plus précisément dans cette partie. Celle-ci a pour objectif de comprendre comment ces paramètres agissent sur les mouvements d'air et d'aérosols à l'origine des contaminations croisées.

Le mode de vidange est lié au débit d'alimentation (vis d'Archimède) mais surtout à la vitesse linéaire de la sangle. Les séries de prises de vue (Figure 98) illustrent les différents modes de jetée des produits, en fonction des vitesses de transfert (vitesse de la sangle en m/s).

Tout d'abord, les formes globales des flux de produit sont relativement proche des comportements observés dans la littérature et obtenus par des modèles théoriques, des simulations numériques ou des expérimentations sur pilote (p 56). En particulier, les 3 types de vidanges se distinguent aisément.

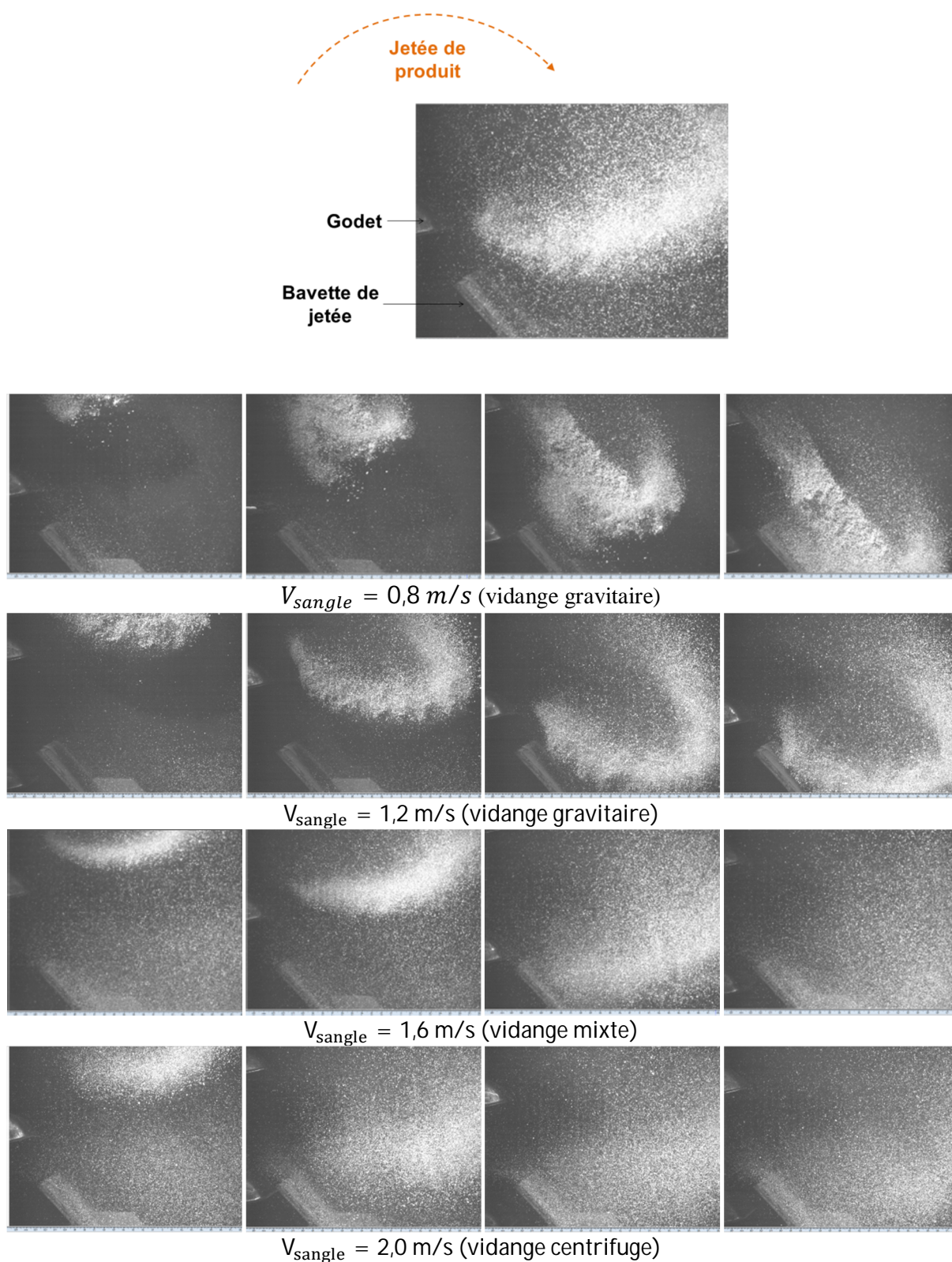


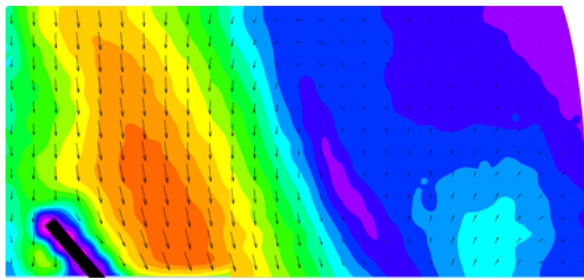
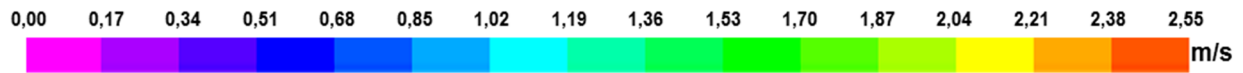
Figure 98 : Prises de vue du comportement de produits pour différents modes de vidange

Pour des vitesses de sangle inférieures ou égales à 1,2 m/s, le produit est entraîné dans sa chute par son propre poids et s'étale peu. Ce profil correspond clairement aux profils de **jetées gravitaires**.

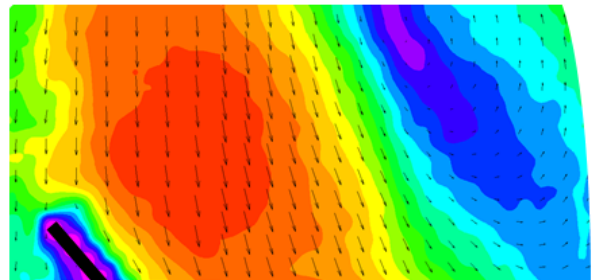
Au contraire, pour des vitesses de sangle rapides (supérieures ou égales à 1,8 m/s), correspondant à des **vidanges centrifuges**, le produit se disperse dans la zone de vidange. La génération d'aérosols est, dans ce cas, beaucoup plus conséquente dans ces configurations. Ce comportement s'explique essentiellement par le fait que le pulvérulent contenu dans chaque godet est soumis essentiellement à la force centrifuge issue de la rotation de ce dernier autour de la poulie de tête. Le produit est alors libéré beaucoup plus tôt des godets et sa trajectoire (parabolique) se rapproche rapidement de la paroi.

Les profils de jetée pour des vitesses de sangle intermédiaires (de 1,2 à 1,4 m/s) correspondent à des **vidanges de type mixte** où rentrent en jeu à la fois la force centrifuge et les forces gravitaires. Le produit reste donc relativement proche de la bavette de jetée et la génération d'aérosols en marge du flux de produit est limitée.

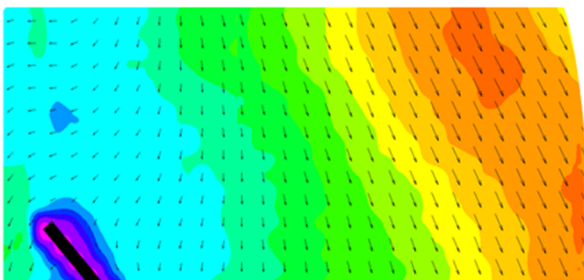
Ces visualisations mettent en évidence une des difficultés majeures de cette étude : l'observation simultanée du flux de produit (trajectoires propre aux particules) et de l'écoulement d'air qui entraîne une partie des aérosols générés au cours de la vidange du produit. Ainsi les images de la Figure 99 sont des observations "superposées" des mouvements du produit et des flux d'air. Elles permettent de visualiser le comportement global du produit et des particules fines qui s'en détachent, au cours du processus de vidange. Elles représentent les champs des vecteurs vitesses pour plusieurs vitesses de transfert (sangle) et les amplitudes des vecteurs (surfaces colorées). La bavette de jetée est représentée par un rectangle noir sur la gauche de chaque image. Ces résultats mettent en exergue les deux comportements extrêmes : les vidanges gravitaire et centrifuge. Il est cependant difficile d'identifier ici la vidange mixte.



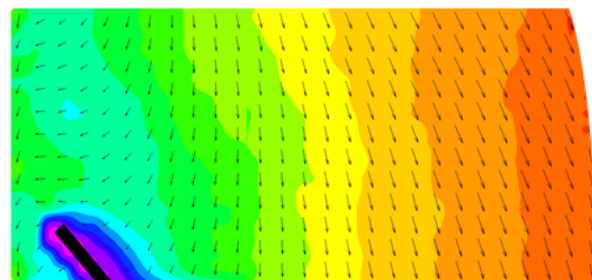
$V_{sangle} = 0,8 \text{ m/s}$ (vidange gravitaire)



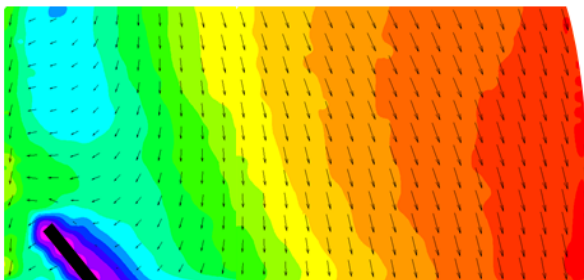
$V_{sangle} = 1,2 \text{ m/s}$ (vidange gravitaire)



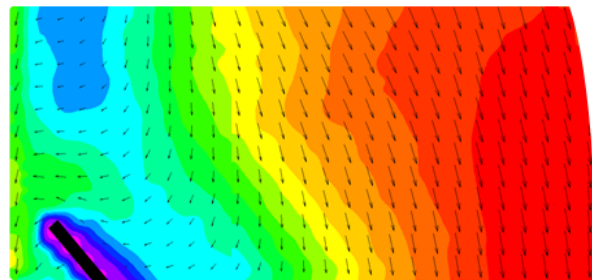
$V_{sangle} = 1,4 \text{ m/s}$ (vidange mixte)



$V_{sangle} = 1,6 \text{ m/s}$ (vidange mixte)



$V_{sangle} = 1,8 \text{ m/s}$ (vidange centrifuge)



$V_{sangle} = 2,0 \text{ m/s}$ (vidange centrifuge)

Figure 99 : Influence du mode de vidange sur la jetée du produit en tête d'élévateur

Tout d'abord, les trois premières images (vitesses de sangle de 0,8 à 1,2 m/s) montrent une chute de produit proche de la bavette – sur la gauche de chaque figure – à une vitesse qui augmente avec la vitesse de transfert. D'autre part, une remontée de particules fines, moins rapide (0,5 à 1 m/s) est observable au fond de la zone de jetée – sur la droite de chaque figure. Cette zone de remontée est la cause de la formation d'un dépôt sur la paroi latérale de la tête. De plus, il est important de noter que l'augmentation de la vitesse de transfert engendre une augmentation de la zone occupée par le flux de produit et une réduction de la zone de remontée du flux d'air, entraînant les particules fines.

Ensuite, à partir d'une vitesse de sangle égale à 1,4 m/s, un net changement de comportement du produit vidangé est remarquable : il ne s'écoule plus proche de la bavette de jetée mais est éjecté vers le fond de la zone de vidange – à droite des images. Ce phénomène est la conséquence directe du passage d'une prédominance de la force gravitaire à une supériorité de la force centrifuge, qui prend source lors de la mise en rotation du godet autour de la poulie de tête. De plus, le passage rapide des godets à gauche de la bavette de jetée génère un flux d'air entraînant les particules fines libérées de la matrice du produit dans le brin descendant de l'élévateur. Ce phénomène est d'autant plus important que la vitesse de transfert augmente. En effet, pour les plus grandes vitesses (1,8 m/s à 2,0 m/s), ce mouvement d'air remonte totalement la bavette de jetée.

La Figure 100 offre une visualisation plus nette des différences de comportement des flux d'air et de produit. Ce graphique représente les profils des vitesses verticales obtenus sur un axe horizontal, juste au-dessus de la bavette de jetée, pour les mêmes vitesses de transfert.

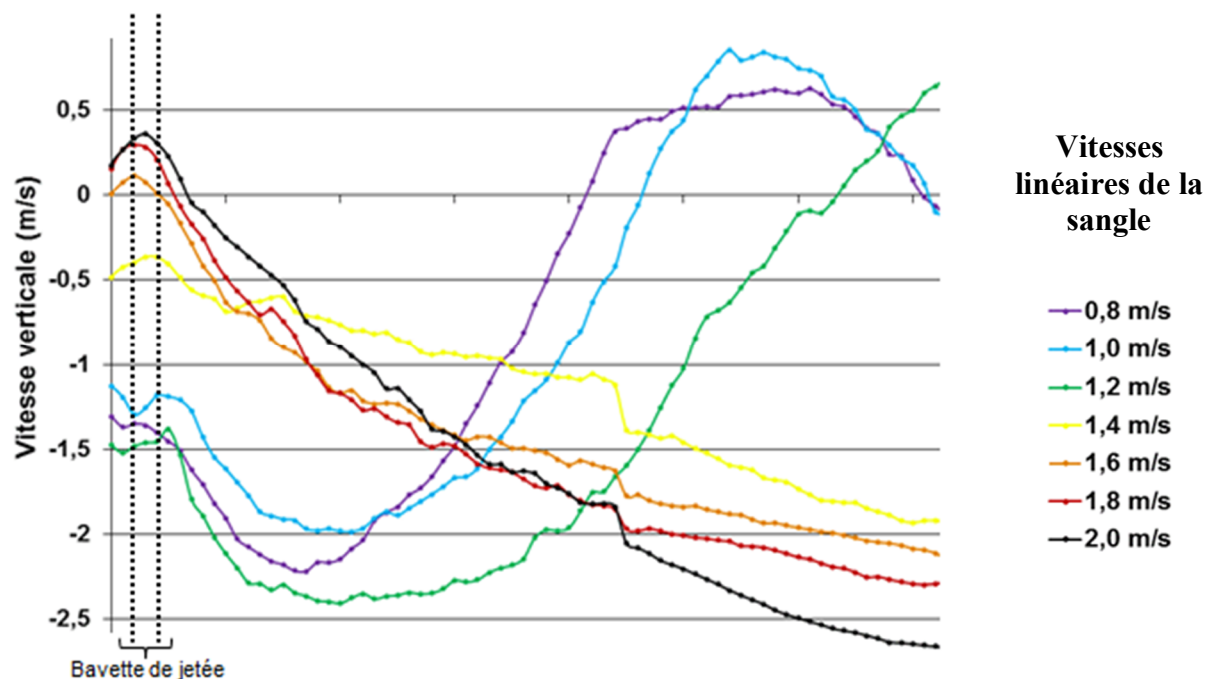


Figure 100 : Profils de la composante verticale de la vitesse au-dessus de la bavette de jetée pour plusieurs vitesses de sangles – l'axe des abscisses représente la position dans la zone de vidange

Tout d'abord, ce graphique confirme les observations précédentes :

- Les modes de vidange gravitaire et centrifuge sont facilement identifiables.
- Dans les deux cas, une remontée d'air et de particules est observable (vitesses positives) : à l'extrémité de la zone de vidange (à droite sur le graphique) pour les modes gravitaires et le long de la bavette de jetée pour les vidanges centrifuges.

Ensuite, la vitesse des particules qui retombent dans le brin descendant (à gauche de la bavette de jetée sur le graphique), est proche de la vitesse de la sangle pour les vidanges de type gravitaires (environ 1,3 m/s), et sont beaucoup plus faibles (de 0 à 0,5 m/s) lorsque la vitesse de transfert est plus rapide. Ceci démontre donc la prépondérance de la chute de produit par lui-même dans le brin descendant (lors de vidanges lentes) par rapport aux particules entraînées au même endroit par un flux d'air remontant la bavette de jetée, qui s'installe lors des vidanges rapides.

Les résultats du plan d'expériences ont mis en évidence l'effet conjoint de l'angle de la bavette de jetée et du type de vidange sur le phénomène de contamination croisée : une vidange de type mixte associée à un angle le plus réduit possible de la bavette de jetée est la position optimale pour limiter les dépôts de micro-ingrédients dans l'élévateur. La Figure 101 montre clairement l'effet de l'ouverture de l'angle de la bavette de jetée sur la quantité de reflux dans le brin descendant.

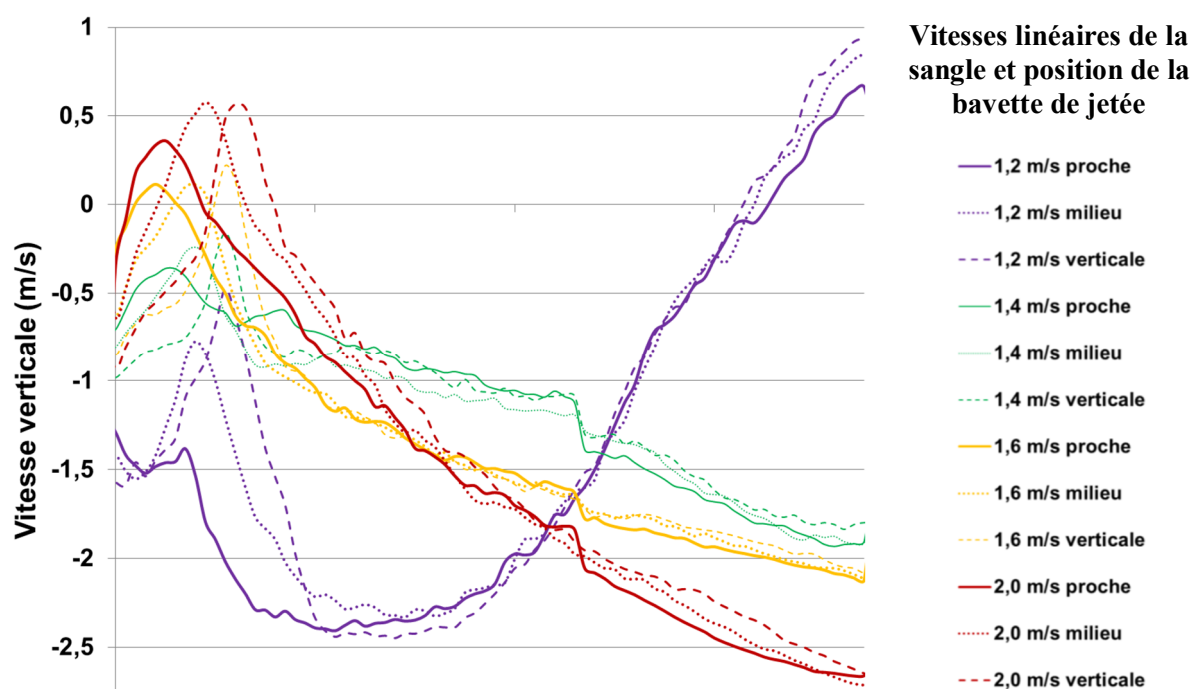


Figure 101 : Influence de l'angle de la bavette de jetée sur la vidange du produit en tête d'élévateur – l'axe des abscisses représente la position dans la zone de vidange

Dans le cas d'une vidange gravitaire, le produit n'est soumis qu'à son propre poids et n'est pas influencé par les flux d'air dans la zone environnant la bavette de jetée. Cependant, une partie du produit contenu dans un godet, n'est pas éjecté suffisamment tôt de celui-ci pour être évacué directement. Sa trajectoire est alors rectiligne, dirigée vers le bas, à une vitesse proche de celle de la sangle. La bavette de jetée, lorsqu'elle est bien réglée, a donc pour fonction de récupérer une grande partie ces particules et de les rediriger vers la conduite de sortie. Par conséquent, avec ce mode de vidange, lorsque la bavette de jetée est mal réglée (angle trop important), la fraction de produit qui n'est par expulsée du godet reflue, en quasi-totalité, dans le brin descendant.

L'augmentation du reflux dans le brin descendant est aussi observable pour des vitesses de sangle élevées, mais les causes en sont différentes. Tout d'abord, la vitesse du flux d'air qui remonte la bavette de jetée, entraînant avec lui les particules libérées de la matrice du produit, augmente avec l'angle de la bavette de jetée. De même, la vitesse des particules qui refluent dans le brin descendant est d'autant plus faible (en valeur absolue) que la bavette est proche des godets.

Ces observations sont en partie confirmées par les résultats du plan d'expériences concernant le débit de particules qui refluent dans le brin descendant. La Figure 102 met clairement en évidence l'intérêt d'une bavette réglée au plus proche des godets pour réduire le reflux des particules fines, et donc leurs dépôts potentiels, dans le brin descendant de l'élévateur à godets. Autrement dit, une bavette bien réglée annule pratiquement l'inconvénient d'une vidange gravitaire. Cependant, il est aussi remarquable que dans le cas d'une bavette verticale, une vidange rapide est préférable.

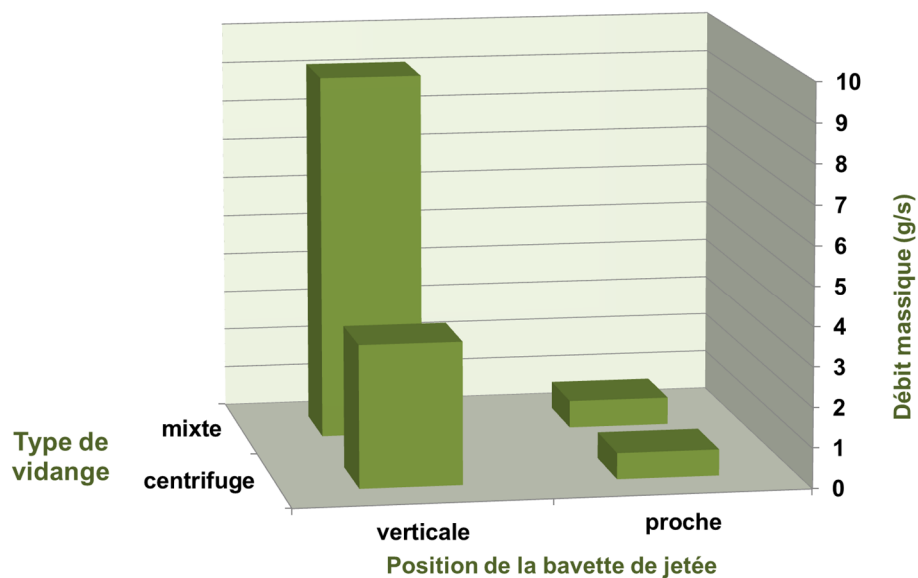


Figure 102 : Débit massique du reflux dans le brin descendant en fonction du mode de vidange et de la position de la bavette de jetée

La comparaison de ce graphique avec la Figure 86 p.150 et la Figure 90b p. 154, représentant l'influence de l'interaction Bavette/Vidange sur les masses de microtraceur déposée et collectée met en évidence que dans le cas d'une bavette proche des godets, l'action du mode de vidange ne se situe pas au niveau de la bavette de jetée. Cependant, le reflux dans le brin descendant engendré par une bavette verticale peut expliquer une partie des phénomènes de dépôt et de balayage observés.

Les résultats exposés jusqu'à présent dans cette partie considèrent des valeurs moyennes obtenues sur 200 couples d'images. Ainsi, les comportements observés témoignent d'une tendance globale, qui varie cependant très fortement. Les champs de vecteurs

instantanés des particules restées en suspension entre deux jetées de produit, illustrés sur la Figure 103, montrent que leur comportement varie fortement au cours du temps.

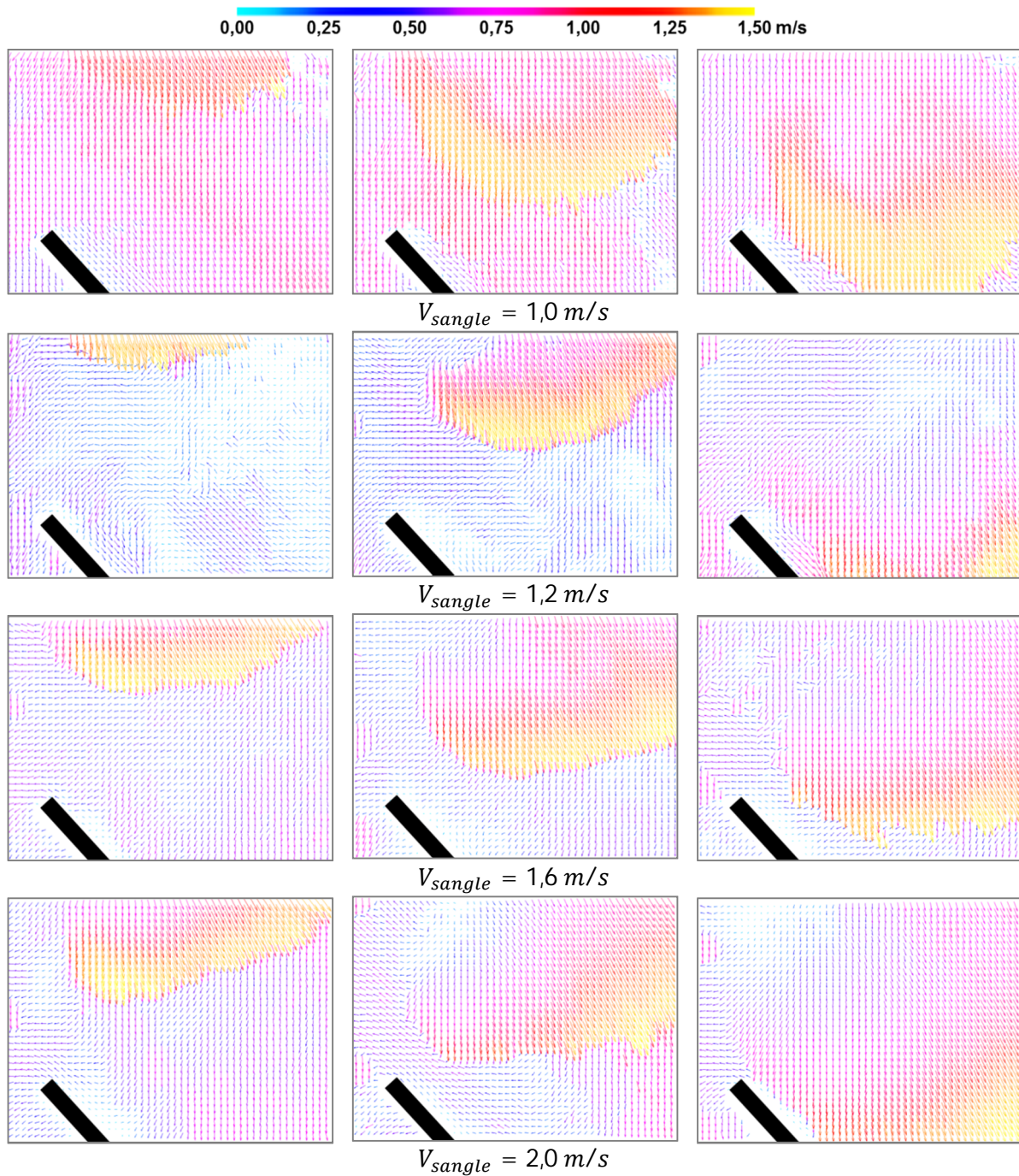


Figure 103 : Exemple de comportement instantané

L'étude de l'intensité turbulente permet de localiser et de quantifier les fluctuations des vitesses, par rapport à la vitesse moyenne. Cette grandeur est exprimée en pourcentage.

Les images de la Figure 104 illustrent les intensités turbulentes moyennes des écoulements, pour chaque vitesse de sangle, correspondant à des modes de vidange différents.

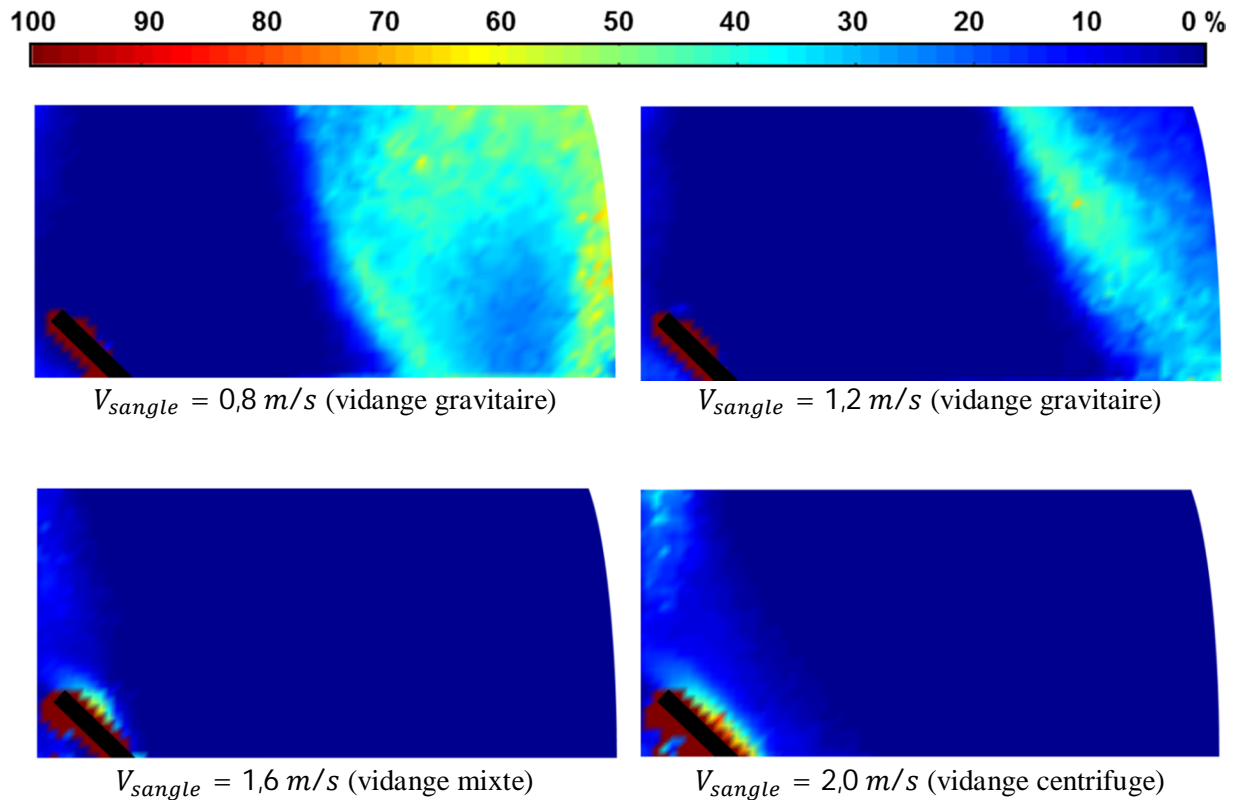


Figure 104 : Influence du mode de vidange sur l'intensité turbulente des zones de remontée de particules poussiéreuses

Ces résultats, lorsqu'ils sont mis en relation avec les champs des vecteurs vitesses obtenus dans les mêmes configurations de l'élévateur (Figure 99 p.169), font ressortir une intensité turbulente relativement importante (de 40 à 80%) sur les zones où un écoulement d'air ascendant, entraînant les particules poussiéreuses, a été identifié. Les mouvements des particules fines traduisent la turbulence de l'écoulement d'air. Ces zones se situent à l'extrémité de la zone de jetée (à droite sur les images) pour les vidanges gravitaires et aux bords de la bavette de jetée lors de transferts rapides (vidanges centrifuges). Ces turbulences témoignent du comportement chaotique des particules fines qui sont libérées de la matrice du produit pendant la jetée, et soumises aux différents flux d'air à l'intérieur du système.

De plus, dans le cas des vidanges centrifuges, une turbulence non négligeable apparaît dans la zone de passage des godets. En effet, la vitesse linéaire de la sangle (de 1,8 à 2,0 m/s) crée une aspiration des aérosols sur cette zone, entraînant ces particules fines.

Ensuite, il est intéressant de remarquer que les vidanges identifiées comme mixtes génèrent très peu de turbulences. La zone de visualisation est remplie de particules qui ont leur mouvement propre. Pour cette raison, même si une partie des particules fines s'échappe de la matrice du produit, elles subissent nettement moins l'effet des flux d'air.

Cependant, compte tenu des intensités turbulentes observées, il serait intéressant de réaliser la même analyse sur une période d'échantillonnage plus longue.

D'autre part, un point très important est mis en lumière par cette analyse de l'intensité turbulente : le plan d'expériences réalisé a seulement pris en considération les modes de vidanges mixte et centrifuge (correspondant aux pratiques industrielles usuelles). Les résultats ont mis en évidence le fort intérêt d'une vidange mixte pour réduire le phénomène de contaminations croisées. Aussi, il est légitime de se demander si une vitesse de transfert encore plus lente (vidange gravitaire) ne réduirait pas encore plus les contaminations croisées. Les résultats obtenus par l'étude de l'intensité turbulente de l'écoulement démontrent qu'une faible vitesse ne conduirait pas nécessairement à des dépôts moins importants car une autre zone turbulente se crée à l'extérieur de la zone de jetée.

Enfin, l'influence des autres paramètres de l'élévateur à godets (l'espace entre les godets et la gaine et la position de la liaison d'équilibre des pressions entre les brins montant et descendant) a été étudiée, cependant, aucune modification notable sur les flux d'air et les mouvements des particules fines désolidarisées de la matrice n'a été observée au niveau de la vidange. Il semblerait donc que ces facteurs agissent sur le niveau de contamination croisée sans affecter la jetée du produit. Il serait par conséquent intéressant de mettre en œuvre des observations plus précises aux autres endroits clés de l'élévateur, et en particulier la zone de remplissage et le début de l'ascension des godets.

En conclusion, ces observations ont permis de caractériser l'existence d'une relation étroite entre les mouvements d'air, le comportement des aérosols générés pendant la manutention d'un pulvérulent et le phénomène de transfert inter-lots de micro-ingrédients. De

plus, les influences des facteurs identifiés par les expérimentations concernant la contamination croisée ont pu être partiellement expliquées et justifiées.

Conclusion et perspectives

6. Conclusion et perspectives

L'objectif de ce travail était, dans un premier temps, d'identifier les paramètres procédés, liés à l'élévateur à godets, agissant sur la contamination croisée, puis, de comprendre leur influence sur les mouvements d'air et d'aérosols dans le système, à l'origine du phénomène.

L'ensemble des résultats des essais pratiqués sur le pilote a mis en évidence le **caractère concentrateur de particules fines de l'élévateur à godets**. En particulier, l'analyse granulométrique a montré que les dépôts sont composés à environ 50% de particules fines, de diamètre inférieur à 200 μm . De plus, les dépôts de microtraceur sur l'ensemble de l'appareil représentent environ un quart de la masse initiale introduite dans le lot traceur.

En outre, **le rôle important de cet outil de manutention dans le processus de contamination croisée est confirmé** par les concentrations mesurées sur chacune des zones de prélèvement. Elles sont en moyenne 7 fois plus importantes que la concentration initiale du lot (250 ppm, en masse) et restent 4 fois supérieures malgré le passage d'un lot collecteur. Ceci démontre, **l'importance de la décomposition du phénomène de transfert inter-lots en deux phases distinctes** : le dépôt des aérosols de micro-ingrédient générés au cours de transfert du lot traceur et leur balayage par le lot collecteur ; chacune de ces phases devant être observées séparément.

Cependant, l'étude détaillée des masses des dépôts, de produit et de microtraceur, dans le système a permis de constater que certaines zones, pourtant très concentrées ne représentaient finalement que peu de masse de traceur. De fait, même si un balayage existe sur ces zones, la contamination qu'il engendre peut être considérée comme négligeable (par rapport au transfert inter-lots global). C'est le cas en particulier des gaines, montantes et descendantes, de l'élévateur. Par conséquent, **l'étude des phénomènes de contamination croisée doit passer non pas par les concentrations, comme c'est le cas dans la méthode préconisée par la profession (guide des bonnes pratiques), mais plutôt se focaliser sur l'analyse des masses de microtraceur transférées d'un lot vers le, ou les, suivants.**

Par ailleurs, ces résultats ont mis en lumière **deux zones de dépôts importantes, représentant chacune 30 % de la masse totale déposée** :

- le reliquat dans le **pied de l'élévateur**, issus à la fois d'une partie de produit non ramassée par les godets pendant leur remplissage et d'un reflux de particules plus ou moins grosses dans le brin descendant,
- les dépôts d'aérosol au **niveau de la tête**, conséquence essentiellement des mécanismes de diffusion turbulente et éventuellement de thermophorèse (provoqué par un échauffement initié par le frottement de la sangle contre la poulie).

D'autre part, les résultats du plan d'expérience factoriel fractionnaire ont mis en exergue **l'effet du mode de vidange, seul et en interaction avec l'angle de la bavette de jetée, sur la quantité de microtraceur déposée** : une vitesse de sangle plus lente, associée à une bavette de jetée réglée au plus proche des godets limitent au maximum la capacité de dépôt de particules fines dans l'élévateur. De plus, la quantité de traceur ramassée par le lot collecteur est essentiellement influencée par **l'espace entre les godets et la gaine** de l'élévateur, la vidange jouant aussi un rôle non négligeable sur ce phénomène : un espace réduit minimise la quantité de traceur collectée. En outre, la **présence d'une liaison d'équilibre des pressions entre les brins** (au-dessus de la zone de remplissage des godets), montant et descendant, semble, lorsqu'elle est associée à une vidange mixte, favoriser la capacité collectrice d'un lot. L'identification de ces paramètres a orienté la construction de deux modèles empiriques qui prévoient la quantité de microtraceur déposée puis collectée, en fonction des positions de ces facteurs. Ces modèles ont été validés par des essais complémentaires, sur le pilote.

Enfin, la mise en place d'un dispositif de visualisation et de mesure des champs de vitesses par imagerie de particules (Particle Image Velocimetry : PIV) au niveau de la tête de l'élévateur, pendant la vidange du produit, a amené à **établir un lien entre les effets de certains facteurs sur la contamination croisée, les écoulements d'air dans le système et les mouvements des aérosols, désolidarisés de la matrice du produit**. En effet, la vitesse linéaire de la sangle, ainsi que la position de la bavette de jetée agissent de façon importante sur le profil de jetée du produit. De plus, ces observations montrent la **formation d'un flux**

d'air ascendant, au niveau de la bavette de jetée pour les vitesses de sangle rapides (vidanges centrifuges), et à l'extrémité de la zone de jetée pour des vitesses lentes (vidanges gravitaires). Ces remontées d'air entraînent les particules fines restées en suspension après le passage d'un jet de produit et génèrent de fait des zones de retour avec maintien en suspension sous l'effet de la turbulence de l'air (zones d'intensité turbulente importantes). Ceci témoigne clairement des mécanismes aléatoires qui régissent les aérosols au niveau de la tête de l'élévateur, et sont à l'origine de leurs dépôts. Ceci constitue une nouvelle notion de reflux dans le brin descendant, non identifié dans la littérature jusqu'à présent (p. 63) et qui, par extension aux dénominations de Knapp (2003) pourrait être qualifié de "feedback legging".

Tous ces résultats présentent un intérêt certain pour l'avancée, scientifique et technique, dans la compréhension des phénomènes qui conduisent à la contamination croisée, cependant, il est important de prendre en considération les limites de la démarche suivie.

Tout d'abord, la station d'essais comprend un élévateur seul, or, en usine, il fait partie intégrante d'une ligne de fabrication d'aliments et est donc fortement sujet aux mouvements d'air et d'aérosols générés par le fonctionnement d'autres opérations unitaires, en amont ou en aval. Par exemple, la vidange du mélangeur dans la trémie sous-mélangeur (qui fournit la vis d'Archimède ou le transporteur à chaîne qui alimente l'élévateur à godets) expulse une masse d'air importante qui peut se propager dans l'élévateur à godets puis dans la suite de la ligne.

D'autre part, afin de maîtriser au mieux les conditions initiales pour chaque essai, la station expérimentale est nettoyée intégralement. Dès lors, les aspérités des parois des élévateurs industriels, due aux accumulations de produits, de matières grasses ou de mélasse et à l'usure naturelle (rouille) ne sont pas considérées. Ce paramètre pourrait cependant avoir des conséquences importantes, notamment sur les mécanismes de dépôts des aérosols.

Pour poursuivre cette étude, il serait intéressant dans un premier temps, de **compléter le plan d'expériences** pour réaliser un plan centré composite avec les 3 facteurs principaux identifiés (mode de vidange, angle de la bavette de jetée et espace godets/gaines). Celui-ci **mettrait en évidence un éventuel effet quadratique de ces paramètres.**

De plus, il pourrait être pertinent de **mesurer l'effet d'autres facteurs liés au procédé.** Par exemple, plusieurs études ont démontré l'impact de **la forme des godets** sur la

trajectoire de jetée des produits en tête d'élévateur. En outre, il est probable que **les temps d'arrêt et/ou de marche à vide de l'élévateur entre les lots** de fabrication aient un impact non négligeable sur la contamination croisée : un arrêt prolongé de l'appareil favoriserait le mécanisme de sédimentation des particules restées en suspension après le transfert d'un lot. De même, un fonctionnement à vide participerait au décolmatage des dépôts sur certaines zones. Enfin, plusieurs usines sont équipées d'un **système d'aspiration des particules**, fonctionnant pendant le transfert des lots. L'impact, positif ou négatif, d'un tel dispositif sur la contamination croisée est fort probable. Il serait donc intéressant d'une part de quantifier son effet et d'autre part d'identifier les conséquences d'une remise en circulation des aérosols collectés (par le décolmatage des filtres), au cours du passage du lot, pratique très courante sur les sites industriels.

D'autre part, comme expliqué succinctement à la fin du paragraphe 5.1.4 (p 161), le transfert inter-lot de micro-ingrédients semble varier considérablement en fonction de **certaines caractéristiques physiques des matrices des produits** transférés par l'élévateur. Il est fort probable que les **propriétés des micro-ingrédients** soient aussi à prendre en considération. La compréhension des mécanismes à l'origine de la contamination croisée devra alors nécessairement passer par une identification des caractéristiques physiques de la matrice et des additifs (ou médicamenteux) ayant un rôle dans les processus de dépôt et de collecte de ces derniers.

Enfin, l'observation des écoulements d'air et des mouvements d'aérosols au niveau de la tête a permis de caractériser le lien qui existe entre ces deux phénomènes et la contamination croisée. Il serait donc nécessaire d'étendre ce type d'expérimentations à **d'autres zones de l'élévateur, comme la liaison d'équilibre des pressions, les gaines montante et descendante, ou la zone de remplissage des godets**. De plus, des mesures de vitesses d'air et de pressions sur les jambes de l'élévateur ont montré des valeurs très faibles avec des oscillations importantes générées par l'instabilité globale du système. Afin de comprendre au mieux les processus de dépôts/collecte il serait intéressant de passer par des **méthodes de simulation numérique** : simulation des écoulements (type Fluent[®]) ou du comportement des particules (DEM : modélisation par éléments discrets), qui donnerait une idée plus précise des mouvements d'air et d'aérosols pendant le fonctionnement de l'élévateur à godets.

De plus, une étude spectrale des signaux de vitesses obtenus par PIV, a conduit à identifier une fréquence importante, dont la valeur et l'amplitude décroissent de manière régulière avec l'augmentation de la vitesse de la sangle (annexe 6). Malgré toutes nos investigations, aucune explication certaine et pertinente n'a pu être trouvée à l'existence de cette fréquence. Il serait cependant très intéressant de pousser les recherches sur son origine.

Bibliographie

Bibliographie

- AMMANN, J. Le poulet : Une entreprise profitable. *Revue de l'Alimentation Animale*, 1987, avril, p 9-13.
- AMMANN, J. "Grünes" mischfutter dank HACCP-plan? *Die Muhle and Mischfutterschnik*, 1996, 133(11), p 161-166.
- JOURNAL OF THE EUROPEAN COMMUNITIES. L270, 14 December 1970, p1.
- ANSART, R., DE RICK, A., DODDS, J. A. Dust emission in powder handling: Free falling particle plume characterisation. *Chemical Engineering Journal*, 2009, 152 (2-3), p 415-420
- ANSART, R., DE RICK, A., DODDS, J. A., ROUDET, M., FAVRE, D., CHARRU, F. Dust emission by powder handling: Comparison between numerical analysis and experimental results. *Powder Technology*, 2009, 190, p 274-281.
- APELT, J., ROBOHM, K. F., LOWE, R. Leistungsforderer ohne verschleppung verarbeiten. *Kraftfutter / Feed Magazine*, 1991, 1, p 18-24.
- ARTANA, G., TOUCHARD, G., PUTIER, F. Electrical characteristics and mechanical behaviour of powders of the animal feeding industry. *Journal of Electrostatics*, 1999, 47(1-2), p 3-12.
- Association des Fabricants d'Aliments du Bétail (AFAB). *Le chemin des meuniers : 50 ans de nutrition animale en Bretagne*, Cliomédia, 2002, 161 p.
- BERKERT, R. Untersuchung der abwurfverhältnisse an kettenbecherwerken. *Fördern Und Heben*, 1966, 10, p 833-836.
- BEUMER, H. Möglichkeiten zur verbesserung von diagrammen fur die gemischvermahlung. *Die Muhle and Mischfutterschnik*, 1986, 123(49), p 674-678.
- BEUMER, H. Control of microingredient carry over in animal feed production. *Proceedings of 3rd International Feed Production Conference, Piacenza, Italy*, 1994, p 185-206.
- BEVERLY, G. J., ROBARTS, A. W., HAYES, J. W. Mechanics oh high speed elevator discharge. *Bulk Solids Handling*, 1983, 3(3), p 853-859.
- BOJDYS, M. Energieeinsparungen mit becherwerken bei der rohmehlaufgabe. *ZKG International*, 2002, 9, p 100-108.

- BOURDILLON, C. Notions de base sur les incertitudes et le traitement des données expérimentales en physique, chimie et biologie, <http://www.utc.fr/~avalle>, 2001, 10 p.
- BROCHARD, Y., RIOU, Y. La fabrication d'un aliment lapin - maîtrise des risques. *L'Éleveur de lapins*, 1989, 22, p 33-36.
- BROWN, R. L., RICHARDS, J. C. *Principles of powders mechanics: essays on the packing and flow of powders and bulk solids*. In : international series of monographs in chemical engineering volume 10, Pergamon Press, Oxford, 1970, 221 p.
- BÜLHER A.G. (Urwil, S.) *Instructions de service - élévateur à sangle*. Rapport interne, 2009
- CARR, R. Classifying flow properties of solids. *Chemical Engineering*, 1965, 72, p 69-72.
- CFIA - Canadian Feed Industry Association, Ottawa, ON. *Canadian feed manufacturing technology handbook*, 1998
- CONDOTTA, R. *Coulabilité des poudres cohésives : Mesures aux faibles contraintes, granulaires humides et application à une poudre industrielle*. Mémoire de Thèse, Institut National Polytechnique de Toulouse, 30 septembre 2005, 257 p.
- CORRIGAN, O. J., WILKINSON, M. L., RYAN, J., HARTE, K., CORRIGAN, O. F. The use of microtracers[®] in a medicated premix to determine the presence of tiamulin in final feed. *Drug Development and Industrial Pharmacy*, 1994, 20(8), p 1503-1509.
- COUNOTTE, G. H. M., EEFTING, T., BOSH, A. De stabiliteit en verdeling van oxytetracycline HCl tijdens bereiding en opslag van een varkensvoeder onder praktijkomstandigheden. *Tijdschrift Voor Diergeneeskunde*, 1984, 109(9), p 339-344.
- CRAWLEY, M. Inter-batch cross contamination: a solution. *Feed Compounder*, Octobre 1998, p 18-21.
- DAVID, L. *Alimentation animale : Tome 1 - L'usine : Conduite et entretien (sauf presses)*, Ed : La Jarrie, 1985, 111 p.
- DGAL (Direction Générale de l'Alimentation). *Revue Notre Alimentation*. 1999, 15(2).
- DIENER, U. Skew alignment behaviour of Elevators/Power - loss through slippage. *Feed Magazine*, 1989, p 35-36.
- DON JOHNSON, J. D. Contamination in bulk handling of finished feed. *Feed Product Scool Transcript*, 1958, p 73-137.
- DORNE, J. L. C. M., FERNÁNDEZ-CRUZ, M. L., BERTELSEN, U., RENSHAW, D. W., PELTONEN, K., ANADON, A., Risk assessment of coccidostatics during feed cross-contamination: Animal and human health aspects. *Toxicology and Applied Pharmacology*, 2011

- EINSENBERG, D. A. Mixer performance, cross-contamination testing examined. *Feedstuffs, The Weekly Newspaper For Agribusiness*, mars 2004, 76(13), 2 p.
- EINSENBERG, S. Micro-ingredient carryover. *Feedstuffs, The Weekly Newspaper For Agribusiness*, 1976, 48(21), p 82-85.
- EURACHEM/CITAC. Quantifier l'incertitude dans les mesures analytiques, 2000
- EXPERTISES J.M.C. *Référentiel J.M.C. pour les filières de la manutention et du stockage en vrac*, Rapport Interne, 2005
- FARIOLI, T. Nuove tecnologie per il mangimificio. *Rivista Di Suinicoltura*, 1999, 40(9), p 87-96.
- FÉDÉRATION EUROPÉENNE DE LA MANUTENTION (FEM) - Section II No. 2.122. *Recommandation pour le calcul du débit, de la puissance motrice et de l'effort de traction des chaînes et des courroies des élévateurs à godets verticaux*, 1981, 4 p.
- FÉDÉRATION EUROPÉENNE DE LA MANUTENTION (FEM) - section II. No. 2.123. *Influence des caractéristiques des produits en vrac sur la conception des élévateurs à godets*, 1989, 10 p.
- FÉDÉRATION EUROPÉENNE DES FABRICANTS D'ALIMENTS COMPOSÉS POUR ANIMAUX (FEFAC). *Feed & food statistical yearbook*, 2009
- FRANCE AGRIMER. La consommation française de viandes : Évolutions depuis 40 ans et dernières tendances. *Les synthèses de France Agrimer*, septembre 2010, 1, 8 p.
- FRANKE, W. Aspekte der technologischen Auslegung von Becherwerken. *Zement-Kalk-Gips*, 1991, 44(4), p 177-181.
- GUIDE DES BONNES PRATIQUES (GBP) pour la fabrication des aliments composés à destination de la nutrition animale, version du 27 février 2008
- GELDART, D., ABDULLAH, E. C., HASSANPOUR, A., NWOKE, L. C., WOUTERS, I. Characterization of powder flowability using measurement of angle of repose. *China Particuology*, 2006, 4(3-4), p 104-107.
- GOUPY J., CREIGHTON L., *Introduction aux plans d'expériences*, Dunod, 2009, 371 p.
- GUO, A., BEDDOW, J. K., VETTER, A. F. A simple relationship between particle shape effect and density, flow rate and Hausner ratio. *Powder Technology*, 1984, (43), p 279-284.
- HAMELMANN, F., SCHMIDT, E. Methods for dustiness estimation of industrial powders. *China Particuology*, 2005, 3(1-2), p 90-93.

- HARNER, J. P., HERRMAN, T., FALK, J., BEHNKE, K. Avoiding drug carryover during feed processing and delivery. *Kansas State University, Department of grain Science and Industry*, mars 1996, 6 p.
- HEBERER, T., LAHRSEN-WIEDERHOLT, M., SCHAFFT, H., ABRAHAM, K., PZYREMBEL, H., HENNING, K. J. Zero tolerances in food and animal feed—Are there any scientific alternatives? : A European point of view on an international controversy. *Toxicology Letters*, 2007, 175(1–3), p 118-135.
- HEERES, H. L. Meting en beheersing van versleping in de praktijk - vervoig 2. *De Molenaar*, 1993, 96(17), p 469-473.
- HEERES, H. L., VAHL, J. L. Verwerking van toevoegings-en diergeneesmiddelen in de praktijk. *De Molenaar*, 1992, 95(24), p 810-819.
- HEIDENREICH, E. Zugabe von futterzusatzstoffen und die gefahr von verschleppungen. *Die Muhle and Mischfuttertechnik*, 1998, 135(10), p 297-300.
- HEINEMANS H. The feedmill of the future. *Feed Compounder*, mai 1994 , p 16-19.
- HERMON, C. Maîtrise de l'encrassement des systèmes de transfert de produits solides. *Le Journal Du Vrac*, 2011, (79), p 32-34.
- JANSEN, H. D. Mischtechnik im futtermittelbetrieb. anforderungen an mischanlage, arbeit und mischgenauigkeit. *Die Muhle Und Mischfuttertechnik*, 1992, 129 (20), p 265-270.
- JANSEN, H. D., FRIEDRICH, W. Entmischungen beim fordern von ungeprebtem mischfutter. *Die Muhle Und Mischfuttertechnik*, 1982, 119(9), p 111-116.
- JANSEN, H. D., KORICH, U. Qualitätssicherung in mischfutterbetrieben: Wie ist der heutige stand und was bringt die zukunft? *Die Muhle and Mischfuttertechnik*, 1998, 135(10), p 340-342.
- JASKULSKI , A. Engineer-to-order approach to high speed bucket elevator design in a small enterprise. *Applied Engineering in Agriculture*, 2008, 24(5), p 545-557.
- JOHNSON, R., PARKES, R. Ensuring feed safety – A case study of the implementation of HACCP into a commercial feed milling company. *11th Annual World Food and Agribusiness Forum, Sydney, Australia*, 2001
- KAN, C. A., MEIJER, G. A. L. The risk of contamination of food in toxic substances present in animal feed. *Animal Feed Science and Technology*, 2007, 133, p 84-108.
- KATTERFIELD, A., GRÖGER, T. Application of the discrete element method in material handling part 4: Bucket elevators and scraper conveyors. *Bulk Solids Handling*, 2007, 27(4), p 228-234.

- KING, R., CUTLER, R. *Stockfeed and feed ingredients risk assessment (Final report)*, Février 2007, 82 p.
- KITCHEN, D. The consumer, cross-contamination and mixer residues. *Feed Compounds*, 2007, 353, p 24-25.
- KNAPP, W. Is your bucket elevator costing you money? *Feed Management*, 2003, 54(2), p 25-27.
- KOLHER, D. Mise en œuvre des vitamines. *Revue de l'Alimentation Animale*, 1987, 407, p 45-50.
- KOSTER, K., H. Zum Schüttgutabwurf bei Becherwerken insbesondere bei Hochleistungsbecherwerken. *Aufbereitungstechnik*, 1984, 8, p 450-463.
- KUGEL, V., BOGDAN, Z. Hochleistungsbecherwerk mit zentralkette : Konstruktionsmerkmale und einsatzerfahrungen. *ZKG International*, 1998, 51(6), p 293-302.
- LOUVET F., DELEPLANQUE L., *Les plans d'expériences : une approche pragmatique et illustrée – Design of experiment : the French touch*, Expérimentique, 2005, 200 p.
- LOWE, R. Elektrostatisches verhalten von futtermitteln - wirkung auf zusatzstoffverschleppung und kontaminatio. *Die Muhle and Mischfuttertechnik*, 1998, 135(4), p 101-106.
- LYNAS, L., CURRIEA, D., Mc CAUGHEYA, W. J., Mc EVOYA, J. D. G., KENNEDYA, D. G. Contamination of animal feedingstuffs with undeclared antimicrobial additives. *Food Additives and Contaminants*, 1998, 15(2), p 162-170.
- MARTIN, C. R., STEPHENS, L. E. Broken corn and dust generated during repeated handling. *American Society of Agricultural Engineers (ASAE)*, 1977, 20(1), p 168-171.
- MARTINEZ-KAWAS, A. *Evaluating flushing procedures to prevent drug carryover during medicated feed manufacturing*. Mémoire de thèse Kansas State University, 2008, 70 p.
- Mc ELLHINEY, R. R., OLENTINE, C. Problems with mixing. *Feed International*, mai 1982, p 34-36.
- Mc EVOY, J. D. G. Contamination of animal feedingstuffs as a cause of residues in food: A review of regulatory aspects, incidence and control. *Analytica Chimica Acta*, 2002, 473(1-2), p 3-26.
- MENTINK, A. C. M. Beheersing kritische toevoegingen diergeneesmiddelen in de mengvoederbereiding. *De Molenaar*, 1993, 96, p 405-415.

- MINA-BOAC, J. *Quality changes, dust generation, and commingling during grain elevator handling*. Mémoire de thèse, Kansas State University, 2010, 264 p.
- MINA-BOAC, J., MAGHIRANG, R. G., CASADA, M. E. Durability and breakage of pellets during repeated elevator handling. *American Society of Agricultural and Biological Engineers*, 2006, p 2-12.
- MÜLLER, C. A. E. Beitrag zur klarung des entleerungsvorganges bei schnellaufenden becherwerken. *Der Muhlen Und Speicherbau*, 1918, 9 (12-14), p 97-120.
- NEUMANN, K. D. Bei zusatzstoffen entscheidet die arbeit des michers. *Kraftfutter/Feed Magazine*, Octobre 2000, p 370-383.
- NIEMAN, W. Toetsingsprocedure voor de procesnauwkeurigheid. *De Molenaar*, 1991, 94(14), p 407-412.
- PARNELL, C. B., JONES, D. D., RUTHERFORD, R. D., GOFORTH, K. J. Physical properties of five grain dust type. *Environmental Health Perspectives*, 1986, 66, p 183-188.
- PICKARD, D., MARCHETTI, M. Novel microingredients premix formulations. *Feed Compounder*, Septembre 1998, p 42-47.
- PILLET, M. *Les plans d'expériences par la méthode de Taguchi*, Les éditions d'organisation, 1997, 330 p.
- PLINKE, M. A. E., LEITH, D., BOUNDY, M., G, LÖFFLER, F. Dust generation from handling powder in industry. *American Industrial Hygiene Association Journal*, 1995, 56, p 101-106.
- PUGH, D. M. The EU precautionary bans of animal feed additive antibiotics. *Toxicology Letters*, 2002, 128, p 35-44.
- PUTIER, F. Evaluate cross-contamination with the right method. *Kraftfutter/Feed Magazine*, Octobre 2000, p 394-399
- PUTIER, F. Assessment of carry-over in a compound feed plant. *Kraftfutter/Feed Magazine*, Février 2001, p 56-64
- RADEMACHER, F. J. C. Non-spill discharge characteristics of bucket elevators. *Powder Technology*, 1979, 22(2), p 215-241.
- RAVAUD, M. Les aliments médicamenteux. *Aliscope*, Octobre 1991, p 26-38.
- ROBERTS, A. W. Mechanics of bucket elevator discharge during the final run-out phase. *Journal of Statistical Mechanics: Theory and Experiments*, 1988, 12(2), p 19-26.

- ROTHWELL, T. M., VIGNEAULT, C., SOUTHWELL, P. H. Comparison of a pneumatic conveyor and a bucket elevator on an energy and economic basis. *Canadian Agricultural Engineering*, 1991, 2, p 395-397.
- SANDERSON, P. Cross contamination in the mill - minimize the risk. *Feed Technology*, 1997, 1(1), p 25-26.
- SCHOFIELD, C. Dust generation and control in material handling. *Bulk Solids Handling*, 1981, 1(3), p 45-61.
- STRAUCH, W. Causes and control of carry-over and cross-contamination (Part1). *Kraftfutter/Feed Magazine*, 2002, 4(4), p 151-159.
- STRAUCH, W. Causes and control of carry-over and cross-contamination (Part2). *Kraftfutter/Feed Magazine*, 2002, 85(6), p 239 - 249.
- TECALIMAN. Caractéristiques physiques des additifs utilisés en alimentation animale : Exploitation d'une base de données. *Fiche Technique n°16*, 1998, 4 p.
- TECALIMAN. Mesure d'émission de poussière par la méthode Heubach dans le domaine des additifs utilisés en alimentation animale. *Fiche Technique n°22*, 1999, 4 p.
- TECALIMAN. Résultats d'essais industriels sur l'homogénéité et les contaminations croisées de 2000 à 2002. *Bulletin spécial n°52*, 2003, 247 p.
- TEUNOU, E. Chapitre 4 : Caractéristiques mécaniques et rhéologiques des poudres - Test de cisaillement. In : *Technologie des pulvérulents dans les IAA*, Eds : Melcion J.P et Ilari J.L., 2003, p 93-116
- TEUNOU, E., FITZPATRICK, J. J., SYNNOTT, E. C. Characterisation of food powder flowability. *Journal of Food Engineering*, 1999, 39(1), p 31-37.
- VAN ZUILICHEM, D. Managing small ingredients. *Feed Mix*, 1993, 1(2), p 6-9.
- WILCOX, R. Controlling drug carryover and other additives. *Feed manufacturing and technology*, 1985, p 369-371
- WILD, R. A. Feed manufacturers must produce safe feed-safe food. *Feedstuffs, The Weekly Newspaper For Agribusiness*, 1999, p 47-49.
- WORNICK, R., C. Variation of micro-ingredient assay values on feed products : Causes and solutions part I. *Feedstuffs, The Weekly Newspaper For Agribusiness*, 1985, p 16-18

Annexes

Annexe 1 : Types d'additifs utilisés en alimentation animale

Les additifs technologiques :

- **conservateurs** : substances ou micro-organismes qui protègent les aliments des altérations dues aux micro-organismes ou à leurs métabolites¹⁶.
- **anti-oxygènes** : substances prolongeant la durée de conservation des aliments en les protégeant des altérations provoquées par l'oxydation.
- **émulsifiants** : substances permettant de réaliser ou de maintenir le mélange homogène de deux ou plusieurs phases non miscibles.
- **stabilisants** : substances permettant de maintenir l'état physicochimique de l'aliment.
- **épaississants** : substances augmentant la viscosité de l'aliment.
- **gélifiants** : substances qui confèrent de la consistance à l'aliment par la formation d'un gel.
- **liants** : substances qui augmentent l'agglutination des particules.
- **substances** pour le contrôle de contamination de radionucléides : substances qui suppriment l'absorption des radionucléides ou en favorisent l'excrétion.
- **anti-agglomérants** : substances qui limitent l'agglutination des particules.
- **correcteurs d'acidité** : substances qui modifient le pH de l'aliment.
- **additifs pour l'ensilage** : substances, améliorant la production d'ensilage.
- **dénaturants** : substances qui permettent de déterminer l'origine de matières premières pour denrées alimentaires ou aliments pour animaux spécifiques.

¹⁶ Produit intermédiaire formé au cours du métabolisme cellulaire

Les additifs sensoriels :

- colorants :
 - substances qui ajoutent ou redonnent de la couleur.
 - substances qui ajoutent de la couleur à des denrées alimentaires d'origine animale (œufs, viande, lait...)
- **substances aromatiques** : substances qui en augmentent l'odeur et la palatabilité¹⁷ des aliments.

Les additifs nutritionnels :

- **vitamines**, provitamines et substances à effet analogue chimiquement bien définies.
- oligo-éléments.
- **acides aminés**, leurs sels et produits analogues,
- **urée** et ses dérivés.

Les additifs zootechniques :

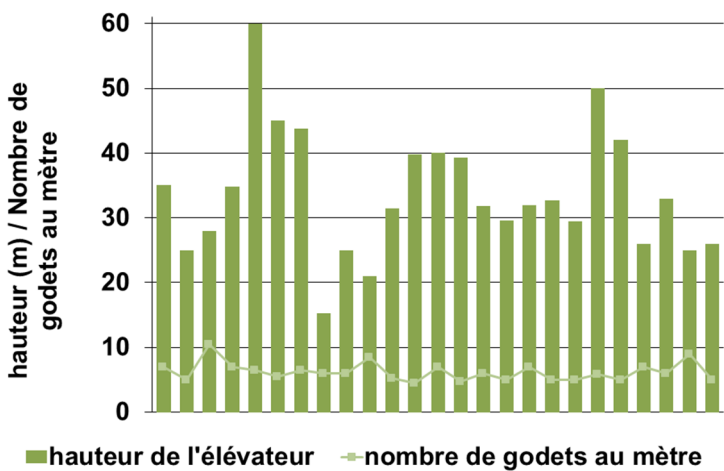
- **améliorateurs de digestibilité** : substances qui renforcent la digestibilité par leur action sur certaines matières premières.
- **stabilisateurs de la flore intestinale** : micro-organismes ou autres substances chimiquement définies qui ont un effet bénéfique sur la flore intestinale.
- substances qui ont un effet positif sur l'environnement.

¹⁷ Caractéristique de la texture des aliments agréables au palais. C'est en d'autres termes, l'intensité du plaisir à manger

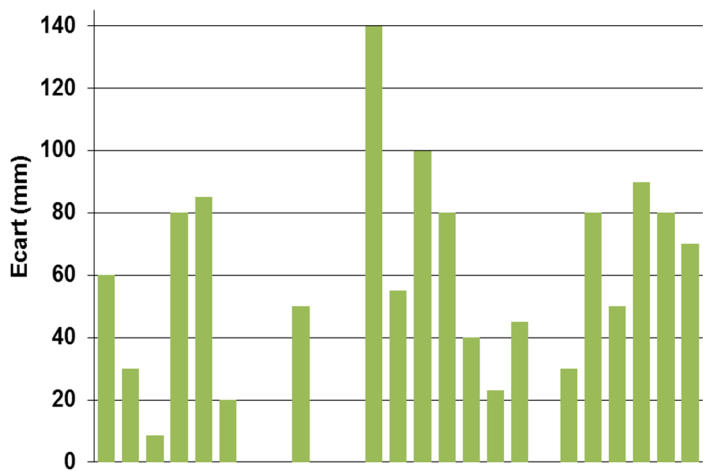
Annexe 2 : Principaux résultats du questionnaire envoyé aux industriels de l'alimentation animale au début de l'étude

Cet annexe décrit les résultats obtenus à l'issu du questionnaire envoyés aux fabricants d'aliments destinés aux animaux. 25 réponses, plus ou moins complètes ont été reçue, aussi il est difficile de considérer ces valeurs comme statistiquement représentatives des usines françaises d'aliment du bétail. Ils restent cependant intéressants à prendre en compte.

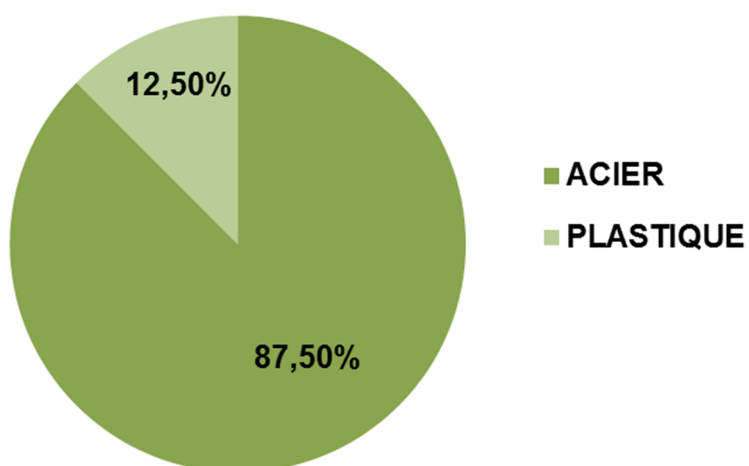
Hauteur de l'élévateur (distance entre les centres des poulies) et nombre de godets/mètre



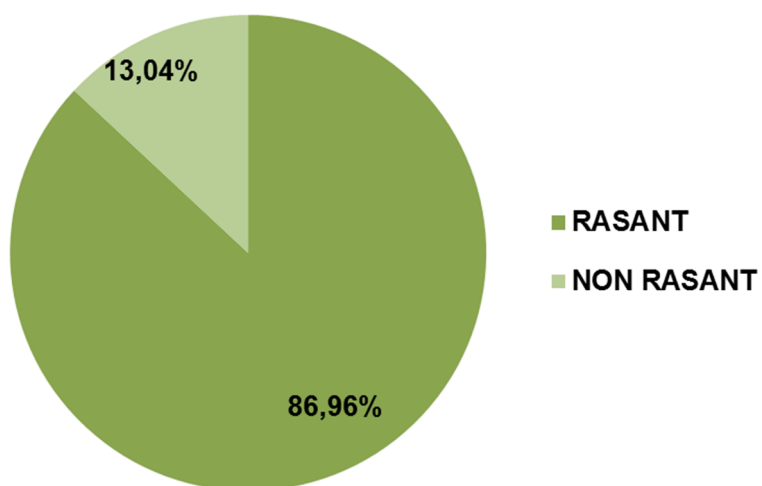
Écart entre les godets et la gaine



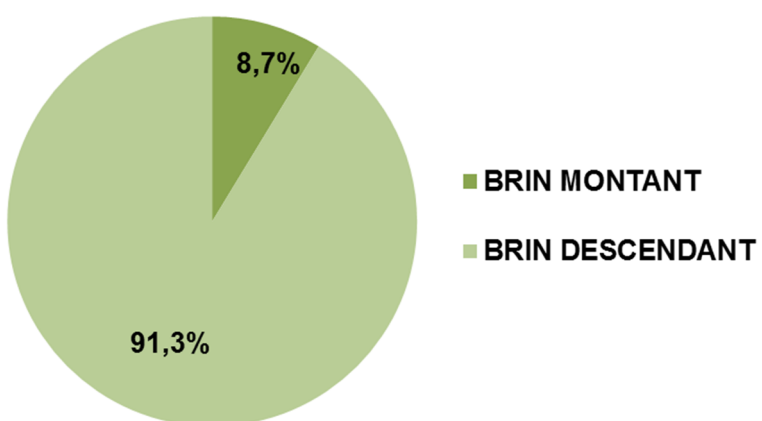
Matière des godets



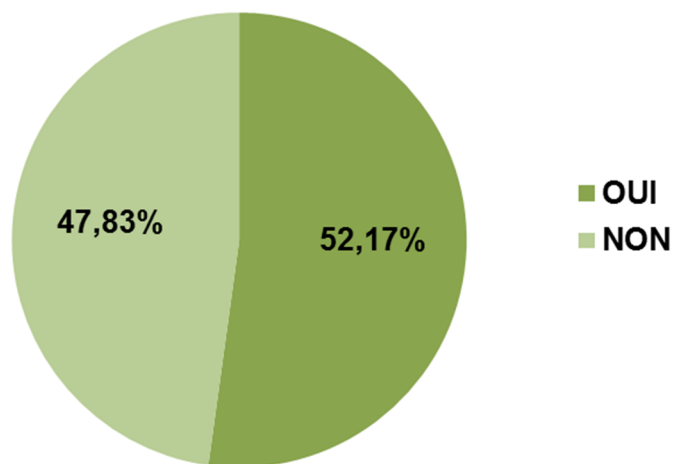
**Type de pied
d'élévateur**



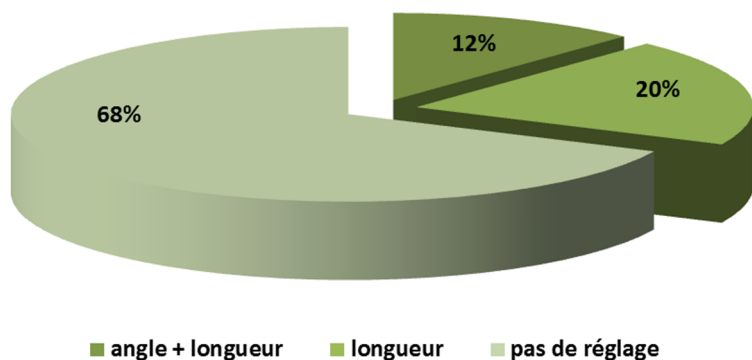
Côté de l'alimentation



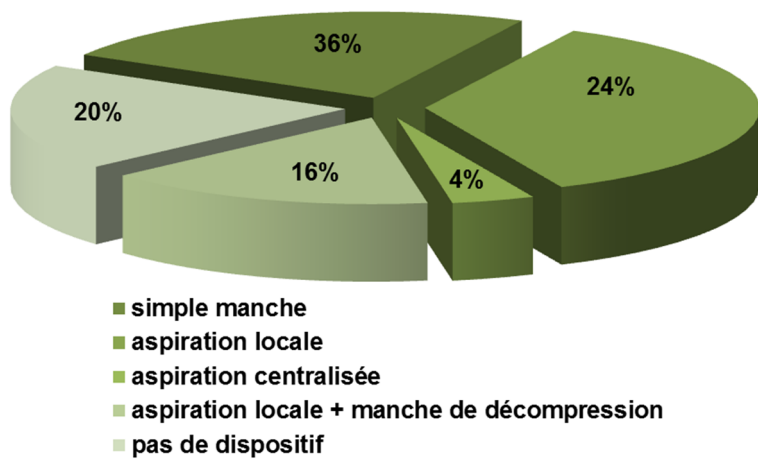
**Présence d'une liaison
entre les brins**

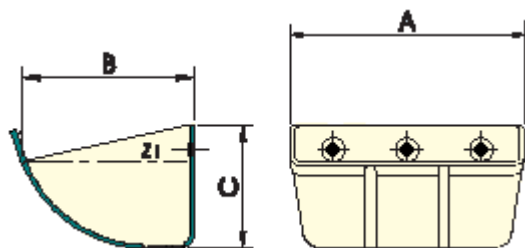


**Réglage de la bavette
de jetée**



**Dispositifs de
traitement de l'air**



Autres caractéristiques		moyenne	médiane	min	max
hauteur de l'élévateur (m)		33,65	31,93	15,27	60,00
nombre de godets au mètre		6,23	6,00	4,50	10,50
Dimensions des godets :					
A (mm)		284,72	265,00	140,00	450,00
B (mm)		175,60	180,00	130,00	240,00
C (mm)		130,25	140,00	80,00	173,00
Z1 (L)		3,03	2,51	0,60	7,00
largeur de la bande (mm)		306	295	165	480
diamètre de la poulie (cm)		51,24	50,00	18,00	80,00
puissance du moteur (kW)		14,52	11,00	4,00	37,00
type d'aspiration		aspiration locale			
surface filtrante (m²)		17,06	4,70	0,70	100,00
Taille des lots transférés					
minimum (Tonnes)		1,88	2,00	1,00	5,00
maximum (Tonnes)		4,56	5,00	2,00	12,50
débit réel (t/h)		62,9	60,0	1,5	140
débit théorique (t/h)		72,8	66,0	38,5	130
vitesse linéaire de la sangle (m/s)		2,20	2,20	1,57	3,00
temps de parcours d'un lot de taille maximum (min)		5,54	5,00	2,7	11,00

Annexe 3 : Formules des aliments utilisés pour les essais industriels (Usine A et Usine B)

Dosage de	P3000GVR001	HOMOGENEITE ET CONTAMINATION CROISEES	
Formule	P3000G	NOVATONIC GVR SANS OGM	
Supplémentée	001	TALC	
0309 2			
Débuté le	18/10/2011 13:14:28	Cloturé à	13:37:32
Numéro de lot	05110180400101	Utilisateur	DOSAGE
Quantité prévue	3 000.00 kg	Fabriquée	2 997.70 kg
		Destination	P03
		Mélangeuse	1
Paramètres de fabrication			
Paramètre dosage	MEL-TAM-240	Paramètre broyage	BRO-DOS-TAM- 1
Paramètre ajout liquide 1	AJOUT 1.0	Paramètre ajout liquide 2	

Code	Libellé	Lieu	Zone	Sub.	Prévue en kg	Dosée en kg	Ecart en kg	Numéro de lot
BIOSAF	LEVURE ACTISAF	ACMV	MAG SAC		0.90	1.00	0.10	
								1.00kg 3566
Code barre BIOSAF3566								
TALC	TALC	ACMV	MAG SAC		15.00	14.60	- 0.40	
								14.60kg 0
Code barre TALC0								
AMY PLU	AMYPLUS 416	BRUT	D04		150.00	154.00	4.00	
BLE	BLE 74	BRUT	D01		613.50	616.00	2.50	
COLZADES	TOURTEAU DE COLZA	BRUT	D34		284.40	296.00	11.60	
DRECHBLE	DRECHES BLE	BRUT	D12		110.70	118.00	7.30	
TOURNPRO	TOURNESOL HIGH PRO	BRUT	D33		150.00	158.00	8.00	
TRITI	TRITICALE	BRUT	D37		666.00	668.00	2.00	
PH402	SUPER CONC. PORCS	CMV	D53		9.00	9.20	0.20	
SEL DEN	SEL	CMV	D20		9.00	9.00	0.00	
THREOPUR	THREONINE PUR	CMV	D54		2.40	2.60	0.20	
ENZYPUR	ROVABIO EXCEL	ENR	L11		0.33	0.33	0.00	
PHYTALIQ	COMBI NATUPHOS	ENR	L13		0.15	0.15	0.00	
BLE	BLE 74	FAR1	D30		272.40	270.00	- 2.40	
CARBOFAR	CARBONATE DE CALCIUM	FAR1	D24		31.50	34.00	2.50	
MONOC	PHOSPHATE MONOCALCI	FAR1	D27		4.50	4.00	- 0.50	
BLE	BLE 74	FAR2	D30		608.40	606.00	- 2.40	
HUILEVEG	HUILE DE PALME	LIQ	L06		15.00	14.50	- 0.50	
LYS50	LYSINE LIQUIDE	MEL	L10		22.50	22.80	0.30	
ELVI	ELVI	PRES	L08		45.00	45.00	0.00	
Totaux					3 010.68	3 043.18	32.50	

DETAILS DE DOSAGE

Numéro de Lot 20110050360101
 Matière 156G POULET ABATTAGE GRANULE
 Formule 156 POULET ABATTAGE Version 3295 Répartition 1 N° optim.
 Supplémentation Numéro OF OFA201110050085
 Début de Dosage 05/10/2011 15:15:39 Fin de Dosage 05/10/2011 15:46:58
 Qté Prévue (Kg) 5 000,00 Qté Fabriquée (Kg) 5 013,33



PARAMETRES de FABRICATION

Paramètre Dosage SANS BLUTERIE Paramètre ajout liquide 1
 Paramètre Broyage Paramètre ajout liquide 2

LISTE des COMPOSANTS

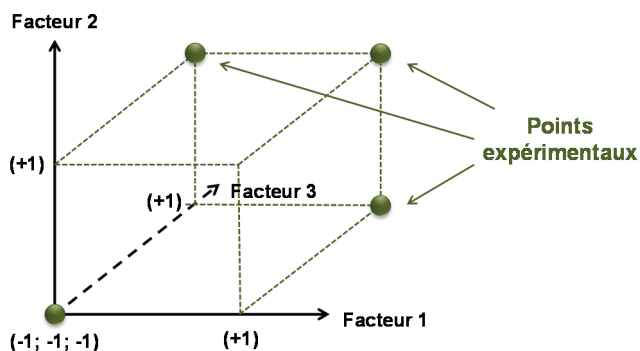
Matière	Libellé	Lieu	Zone	Qté Prévue	Qté Dosée	Ecart (Kg)	Ecart (%)	Sub	Rem
3165	CPT PLT FIN 0.3 SCH 95104 Retr	ADD	MAG SACL	15,00	15,54	0,54	3,60	N	N
Date du mouvement : 05/10/2011 15:17:47				Lot Origine : 1263016		Lot FIFO :			
Quantité : 15,54				CB : 0103488910552623171201183100000015101263016					
3573	PREM. PRISMA SAFE 96977	ADD	MAG SACL	8,50	8,56	0,06	0,71	N	N
Date du mouvement : 05/10/2011 15:19:56				Lot Origine : 1256070		Lot FIFO :			
Quantité : 8,56				CB : 0103488910557017171309123100000025101256070					
3565	PRISM-ACID SR	ADD	MAG SACL	10,00	10,14	0,14	1,40	N	N
Date du mouvement : 05/10/2011 15:18:46				Lot Origine : 1243007		Lot FIFO :			
Quantité : 10,14				CB : 0103488910556621171205273100000025101243007					
3098	THREONINE PURE	ADD	MAG SAC	4,50	4,42	-0,08	-1,78	N	N
1050	BLE	BP1	CD11	1 981,80	1 986,00	4,20	0,21	N	N
1052	MAIS	BP2	CD17	1 000,00	994,00	-6,00	-0,60	N	N
1053	ORGE	BP2	CD02	750,00	750,00		0,00	N	N
1001	SOJA 48	BP2	CD10	937,00	954,00	17,00	1,81	N	N
1003	TTX TOURNESOL	BP2	CD13	100,00	96,00	-4,00	-4,00	N	N
1071	CARBONATE FARINE	BP3	CM1	27,40	29,00	1,60	5,84	N	N
1073	Phosphate	BP3	CM2	26,80	27,00	0,20	0,75	N	N
1074	sel	BP4	SR03	8,90	8,90		0,00	N	N
1076	Sulfate de Na	BP4	SR04	11,35	11,40	0,05	0,44	N	N
4095	Chlorure de Choline	MEL	CL05	1,00	1,00		0,00	N	N
4062	HUILE DE PALME	MEL	CL08	53,00	52,00	-1,00	-1,89	N	N
4064	HUILE DE SOJA	MEL	CL02	31,50	32,00	0,50	1,59	N	N
4091	LYSINE 50	MEL	CL06	21,40	21,49	0,09	0,42	N	N
4090	METHIONINE	MEL	CL07	10,80	10,82	0,02	0,19	N	N
(liste des composants) TOTAUX :				4 998,95	5 012,27	13,32			

Annexe 4 : Méthode des plans d'expériences

1. Définitions

1.1. Facteurs et niveaux

Les facteurs sont les causes possibles et élémentaires des variations observées sur la réponse. Ce sont les paramètres stimulés, qualitatifs ou non, au cours des essais. Les valeurs ou positions possibles de ces facteurs sont appelées niveaux. En général, lorsqu'un paramètre peut prendre seulement deux niveaux, ils sont notés respectivement (-1) et (+1) (notation de YATE).



Points expérimentaux définis par les niveaux des facteurs

Le domaine de variation d'un facteur, lorsque celui-ci est quantitatif, comprend toutes les valeurs comprises entre les niveaux extrêmes considérés. Ces derniers définissent les points expérimentaux du domaine d'étude (Figure ci-dessous).

1.2. Domaine d'étude

Le domaine d'étude, ou domaine expérimental, est la réunion des domaines de variation de chacun des facteurs. Les niveaux des facteurs peuvent être considérés comme les coordonnées d'un point expérimental dans l'espace \mathbb{R}^n , où n est le nombre de facteurs considérés. Le domaine d'étude est alors l'ensemble des points expérimentaux (X_1, X_2, \dots, X_n) tels que chaque X_i a pour coordonnées $(x_{i1}, x_{i2}, \dots, x_{in}) \in \mathbb{R}^n$. Il est possible de représenter

graphiquement le domaine d'étude jusqu'à trois facteurs. Au-delà de ce nombre, une représentation matricielle est souvent utilisée.

2. Construction d'un plan d'expériences

Le choix du nombre et de l'emplacement des points expérimentaux (facteurs, niveaux) est essentiel dans la construction d'un plan d'expériences. L'objectif étant de réduire au maximum le nombre d'essais nécessaires tout en minimisant l'influence de l'erreur expérimentale sur les modélisations mathématiques.

2.1. Orthogonalité des actions disjointes

Pour obtenir une interprétation correcte des résultats d'un plan d'expériences, le choix des points expérimentaux doit respecter certaines règles, et en particulier la **règle d'orthogonalité**. Celle-ci garantit l'exclusion de biais dans le calcul des effets des facteurs et des interactions. Chaque effet est ainsi évalué indépendamment des autres.

Deux actions disjointes (i.e. qui n'ont aucun facteur en commun) sont orthogonales si à chaque niveau de l'une, tous les niveaux de l'autre sont activés le même nombre de fois. Autrement dit, chaque niveau d'un facteur doit être associé à tous les niveaux des autres facteurs autant de fois.

Une méthode simple de vérification de l'orthogonalité d'un plan d'expériences est de construire son **tableau d'incidences**. Celui-ci récapitule le nombre d'occurrences pour chaque niveau des facteurs sollicités. Par exemple, le tableau ci-dessous (à gauche) est le tableau d'incidence correspondant aux essais décrits dans le tableau de droite. Le facteur A au niveau +1 est sollicité une fois avec le facteur B au niveau +1 et une fois avec ce même facteur au niveau -1. Il en est de même pour le niveau inférieur du facteur A. Ce plan d'expériences répond donc à la règle d'orthogonalité.

	A	B
Essai 1	+1	+1
Essai 2	+1	-1
Essai 3	-1	+1
Essai 4	-1	-1

Tableau des essais du plan d'expériences

		B	
		+1	-1
A	+1	1	1
	-1	1	1

Tableau d'incidences (2 facteurs à 2 niveaux)

2.2. Notion de degré de liberté (ddl)

Le nombre de degrés de liberté d'un plan d'expériences est le nombre de réponses nécessaires pour calculer tous les coefficients du modèle. Il indique le nombre minimal d'expériences à réaliser. Il correspond à la somme des degrés de liberté des facteurs et des interactions mis en jeu.

Le nombre de degrés de liberté d'un facteur est le nombre de niveaux auxquels il est activé moins un. Dans le cas d'une interaction entre plusieurs facteurs, il correspond au produit de leurs nombres de degrés de liberté respectifs.

3. Plans factoriels complets 2^N (N facteurs à 2 niveaux)

Un plan factoriel complet est un plan d'expériences regroupant toutes les combinaisons possibles entre les différents niveaux des facteurs. Il est orthogonal au sens strict et permet l'analyse des effets de tous les facteurs et de toutes leurs interactions. Il présente, cependant, l'inconvénient de nécessiter un nombre d'essais important. C'est à la fois un plan de criblage, pour visualiser les effets des facteurs sur la réponse étudiée, et un plan de modélisation dont le but est de construire un modèle théorique

3.1. Matrice d'expériences

Dans le cas de facteurs activés sur deux niveaux, la notation de YATE permet de représenter le plan sous la forme d'une matrice d'expériences (tableau ci-dessous). Les valeurs des interactions entre les facteurs suivent la règle des signes du produit.

Essai	moyenne	A	B	C	AB	AC	BC	ABC	réponses
N°1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	Y1
N°2	+1	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	Y2
N°3	+1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	Y3
N°4	+1	+1	+1	-1	+1	-1	-1	-1	Y4
N°5	+1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	Y5
N°6	+1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	-1	Y6
N°7	+1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	-1	Y7
N°8	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	Y8

Effets et interactions	I	E _A	E _B	E _C	I _{AB}	I _{AC}	I _{BC}	I _{ABC}
------------------------	---	----------------	----------------	----------------	-----------------	-----------------	-----------------	------------------

Matrice d'expériences d'un plan complet 32 représentée avec la notation YATE

I est la moyenne générale, E_{F_i} est l'effet du facteur F_i et $I_{F_i F_j}$ l'effet de l'interaction entre les facteurs F_i et F_j . Les effets des facteurs et des interactions sont définis par les formules suivantes :

$$E_{F_i \rightarrow +1} = Y(F_i \rightarrow +1) - \hat{Y} \quad \text{et} \quad E_{\left(\begin{smallmatrix} F_i \rightarrow +1 \\ F_j \rightarrow +1 \end{smallmatrix} \right)} = Y\left(\begin{smallmatrix} F_i \rightarrow +1 \\ F_j \rightarrow +1 \end{smallmatrix} \right) - \hat{Y} - E_{F_i \rightarrow +1} - E_{F_j \rightarrow +1}$$

Où $Y(F_i \rightarrow +1)$ est la moyenne des réponses lorsque le facteur F_i est au niveau +1, $Y\left(\begin{smallmatrix} F_i \rightarrow +1 \\ F_j \rightarrow +1 \end{smallmatrix} \right)$ est la moyenne des réponses lorsque les facteurs F_i et F_j sont au niveau +1 et \hat{Y} est la moyenne générale de tous les essais.

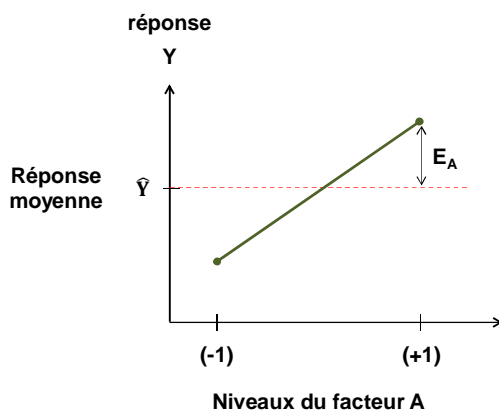
Ces formules conduisent aux relations suivantes entre les effets des facteurs :

$$E_{F_i \rightarrow +1} = -E_{F_i \rightarrow -1} \quad \text{et} \quad E_{\left(\begin{smallmatrix} F_i \rightarrow +1 \\ F_j \rightarrow +1 \end{smallmatrix} \right)} = E_{\left(\begin{smallmatrix} F_i \rightarrow -1 \\ F_j \rightarrow -1 \end{smallmatrix} \right)} = -E_{\left(\begin{smallmatrix} F_i \rightarrow +1 \\ F_j \rightarrow -1 \end{smallmatrix} \right)} = -E_{\left(\begin{smallmatrix} F_i \rightarrow -1 \\ F_j \rightarrow +1 \end{smallmatrix} \right)}$$

Ces calculs des effets proviennent des propriétés d'orthogonalité de la matrice d'expériences, notée $[X]$, qui en font une matrice d'Hadamard. Elle vérifie donc $[X]^t \cdot [X] = n[I]$ où n est le nombre d'essais (i.e. le nombre de lignes de la matrice) et $[I]$ est la matrice identité. Par conséquent, déterminer les effets des facteurs, revient à résoudre le système matriciel $[X] \cdot [E] = [Y]$ où $[E]$ est le vecteur des effets des facteurs et $[Y]$ celui des réponses. De ce fait, le vecteur des effets vaut $[E] = [X]^{-1} \cdot [Y]$ et compte tenu des propriétés de la matrice d'expériences, $[E] = \frac{1}{n} [X]^t \cdot [Y]$.

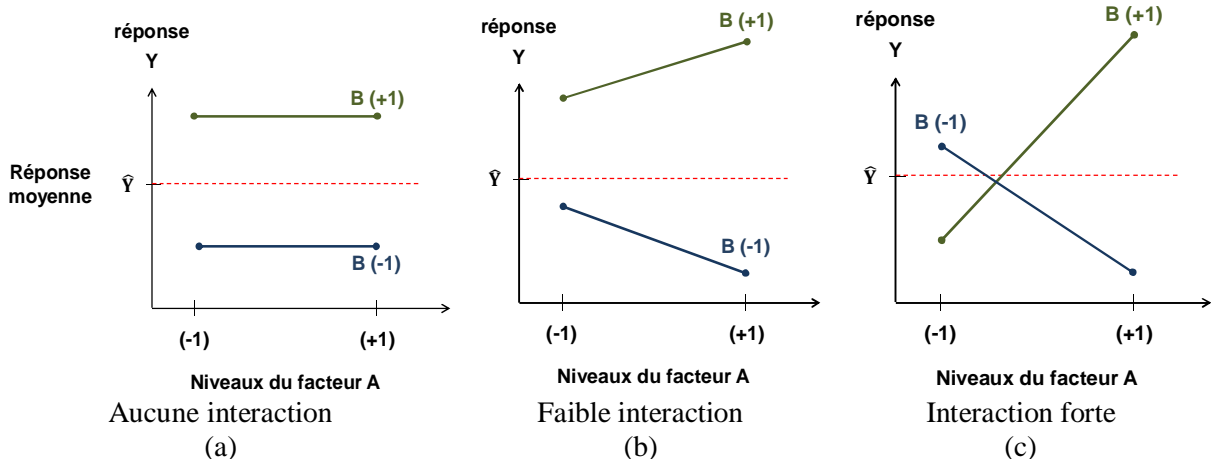
3.2. Représentation graphique des effets des facteurs et des interactions d'ordre 1

L'effet d'un facteur seul sur la réponse Y est représenté par un segment de droite (hypothèse de linéarité) dont les deux extrémités sont les valeurs moyennes des réponses lorsque le facteur est au niveau inférieur puis supérieur.



Représentation graphique de l'effet d'un facteur A

L'effet du facteur à un niveau donné sur la réponse est donc la distance à la moyenne des réponses, \bar{Y} . La figure ci-dessous illustre la représentation graphique de l'effet d'un facteur A . De manière analogue, il est possible de représenter l'effet de la combinaison de deux facteurs sur la réponse. Dans ce cas, comme l'illustre la figure ci-dessous, deux segments de droite représentent la variation de la réponse due au facteur A , pour un niveau du facteur B fixé.



Représentation graphique de l'effet de l'interaction entre 2 facteurs A et B

La pente des segments de droite fournit une indication quant à l'importance de l'interaction entre les deux facteurs correspondants. Par exemple, deux segments parallèles correspondent à deux facteurs qui n'interagissent pas entre eux (figure). Au contraire, lorsque leur intersection est à l'intérieur de la zone d'étude, l'interaction entre les paramètres est importante (figure).

3.3. Contribution à la réponse et diagramme de Pareto

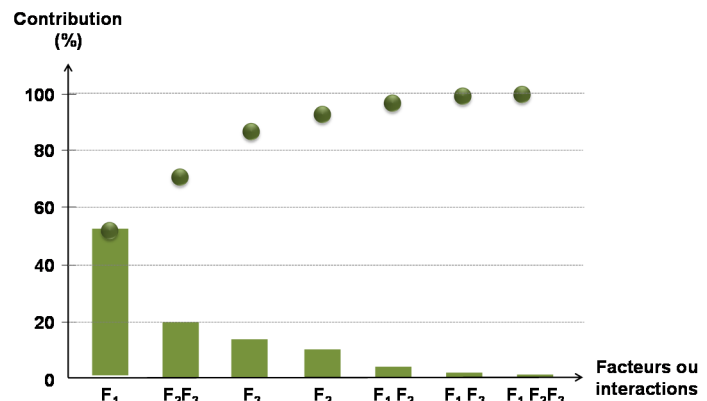
Le diagramme de Pareto est souvent utilisé pour l'interprétation des résultats d'un plan d'expériences afin de quantifier l'importance de la contribution des facteurs et des interactions à la réponse. De plus, il permet de définir les facteurs devant être pris en compte pour la construction du modèle empirique. Les contributions des facteurs et des interactions de facteurs sont calculées par les formules suivantes :

$$Ctr(F_i) = \frac{E_{F_i}^2}{\sum E_{F_i}^2 + \sum E_{F_i F_j}^2}$$

$$Ctr(F_i F_j) = \frac{E_{F_i F_j}^2}{\sum E_{F_i}^2 + \sum E_{F_i F_j}^2}$$

Le graphique ci-contre est un exemple de la représentation graphique de la contribution des facteurs et des interactions de facteurs par un diagramme de Pareto.

Le choix de la contribution minimale nécessaire pour représenter un phénomène dépend du processus étudié.

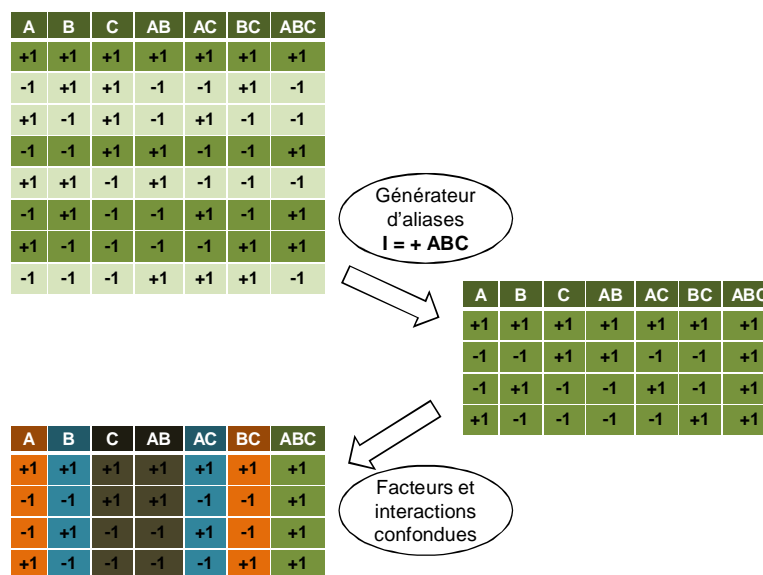


Exemple de diagramme de Pareto

4. Plans factoriels fractionnaires

Les plans factoriels fractionnaires sont l'illustration parfaite de l'un des avantages essentiels de la méthode des plans d'expériences : diminuer considérablement le nombre d'essais à réaliser pour la construction du modèle. En effet, lorsque les facteurs stimulés ou les niveaux pris par ces derniers sont en nombre important, la quantité d'expérimentations à mettre en œuvre peut devenir considérable. Il est alors possible de ne réaliser qu'une partie (ou fraction) du plan complet. Dans ce cas, il ne permet pas la détermination de tous les effets des facteurs et des interactions. Il considère des sommes de certains effets et certaines interactions. De ce fait, il introduit des confusions entre les effets, appelées alias.

La " découpe " d'un plan factoriel complet s'effectue par un " générateur d'aliases ", à partir duquel sont déterminées les aliases. En général, il est choisi pour que les effets des facteurs principaux soient confondus avec les effets des interactions d'ordre élevé. Ces dernières sont souvent supposées négligeables. Pour ce faire, il faut définir l'interaction d'ordre le plus élevé comme générateur d'aliases. Les tableaux ci-dessous illustrent la découpe d'un plan factoriel complet 2^3 . Le générateur $I = + ABC$ sélectionne uniquement les essais correspondant à " $ABC = +1$ ". (Un générateur d'aliases $I = - ABC$ sélectionnerait les essais où " $ABC = -1$ ")



Exemple de découpe d'un plan factoriel complet 2^3

La colonne du facteur A est identique à la colonne correspondant à l'interaction entre les facteurs B et C (il en est de même pour le facteur B et l'interaction AC ainsi que pour le facteur C et l'interaction AB). Par conséquent, les effets calculés de A et de BC seront confondus ou aliasés.

Il est aussi possible de déterminer l'alias d'une action en multipliant modulo 2 cette dernière par le générateur d'alias. Dans le cas de l'exemple développé ci-dessus, les alias peuvent être définies par :

$$A * ABC = A^2BC = BC \qquad B * ABC = AB^2C = AC \qquad C * ABC = ABC^2 = AB$$

Il est possible de réitérer le processus de découpe du plan factoriel complet. Ce plan fractionnaire est nommé 2^{n-p} où n est le nombre initial d'essais du plan complet et p le nombre de générateurs d'alias introduits.

5. Modélisation empirique

L'objectif final d'un plan d'expériences est la construction d'un modèle prévisionnel dans le but d'estimer les réponses des essais non réalisés, à l'intérieur du domaine d'étude. En particulier, dans le cas de l'utilisation d'un plan factoriel fractionnaire, le modèle empirique permet d'évaluer les réponses théoriques de tous les essais du plan complet d'origine.

Tout d'abord, les facteurs et les interactions influents sont sélectionnés à partir du diagramme de Pareto. La partie de la matrice correspondante dans le plan complet est notée $[X']$ et son homologue du plan fractionnaire est noté $[X'']$. Le vecteur des réponses réelles $[Y_{réelles}]$ est défini par la relation : $[Y_{réelles}] = [c] \cdot [X'']$

La matrice $[X']$ n'étant pas nécessairement une matrice carrée (i.e. il se peut qu'il y ait plus d'inconnues que d'équations), le vecteur $[c]$ des coefficients est calculé par la méthode des moindres carrés : $[c] = ([X''^t] \cdot [X''])^{-1} \cdot [X''^t] \cdot [Y_{réelles}]$

Enfin, les valeurs théoriques du vecteur $[Y_{théoriques}]$ sont déterminées à partir de la fraction $[X']$ de la matrice du plan complet : $[Y_{théoriques}] = [c][X']$

Le modèle prévisionnel est ensuite validé par la réalisation de quelques expériences du plan complet ne faisant pas partie du plan fractionnaire utilisé.

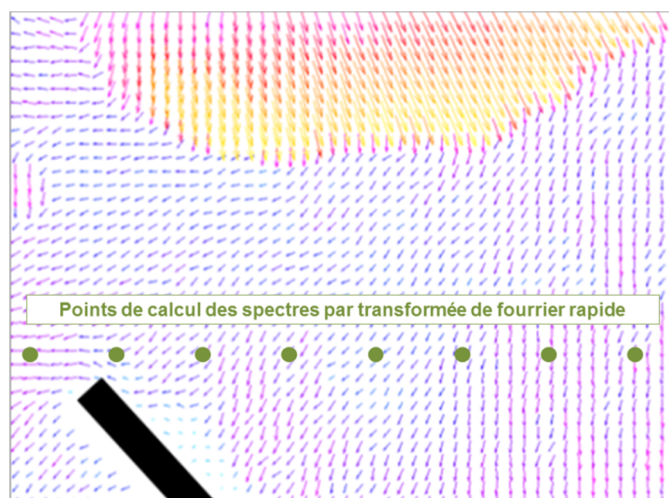
Annexe 5 : Table de Student

	Seuil de risque α (bilatéral)													
DDL	0,9	0,8	0,7	0,6	0,5	0,4	0,3	0,2	0,1	0,05	0,02	0,01	0,005	0,001
1	0,1584	0,3249	0,5095	0,7265	1	1,3764	1,9626	3,0777	6,3137	12,706	31,821	63,656	127,32	636,58
2	0,1421	0,2887	0,4447	0,6172	0,8165	1,0607	1,3862	1,8856	2,92	4,3027	6,9645	9,925	14,089	31,6
3	0,1366	0,2767	0,4242	0,5844	0,7649	0,9785	1,2498	1,6377	2,3534	3,1824	4,5407	5,8408	7,4532	12,924
4	0,1338	0,2707	0,4142	0,5686	0,7407	0,941	1,1896	1,5332	2,1318	2,7765	3,7469	4,6041	5,5975	8,6101
5	0,1322	0,2672	0,4082	0,5594	0,7267	0,9195	1,1558	1,4759	2,015	2,5706	3,3649	4,0321	4,7733	6,8685
6	0,1311	0,2648	0,4043	0,5534	0,7176	0,9057	1,1342	1,4398	1,9432	2,4469	3,1427	3,7074	4,3168	5,9587
7	0,1303	0,2632	0,4015	0,5491	0,7111	0,896	1,1192	1,4149	1,8946	2,3646	2,9979	3,4995	4,0294	5,4081
8	0,1297	0,2619	0,3995	0,5459	0,7064	0,8889	1,1081	1,3968	1,8595	2,306	2,8965	3,3554	3,8325	5,0414
9	0,1293	0,261	0,3979	0,5435	0,7027	0,8834	1,0997	1,383	1,8331	2,2622	2,8214	3,2498	3,6896	4,7809
10	0,1289	0,2602	0,3966	0,5415	0,6998	0,8791	1,0931	1,3722	1,8125	2,2281	2,7638	3,1693	3,5814	4,5868
11	0,1286	0,2596	0,3956	0,5399	0,6974	0,8755	1,0877	1,3634	1,7959	2,201	2,7181	3,1058	3,4966	4,4369
12	0,1283	0,259	0,3947	0,5386	0,6955	0,8726	1,0832	1,3562	1,7823	2,1788	2,681	3,0545	3,4284	4,3178
13	0,1281	0,2586	0,394	0,5375	0,6938	0,8702	1,0795	1,3502	1,7709	2,1604	2,6503	3,0123	3,3725	4,2209
14	0,128	0,2582	0,3933	0,5366	0,6924	0,8681	1,0763	1,345	1,7613	2,1448	2,6245	2,9768	3,3257	4,1403
15	0,1278	0,2579	0,3928	0,5357	0,6912	0,8662	1,0735	1,3406	1,7531	2,1315	2,6025	2,9467	3,286	4,0728
16	0,1277	0,2576	0,3923	0,535	0,6901	0,8647	1,0711	1,3368	1,7459	2,1199	2,5835	2,9208	3,252	4,0149
17	0,1276	0,2573	0,3919	0,5344	0,6892	0,8633	1,069	1,3334	1,7396	2,1098	2,5669	2,8982	3,2224	3,9651
18	0,1274	0,2571	0,3915	0,5338	0,6884	0,862	1,0672	1,3304	1,7341	2,1009	2,5524	2,8784	3,1966	3,9217
19	0,1274	0,2569	0,3912	0,5333	0,6876	0,861	1,0655	1,3277	1,7291	2,093	2,5395	2,8609	3,1737	3,8833
20	0,1273	0,2567	0,3909	0,5329	0,687	0,86	1,064	1,3253	1,7247	2,086	2,528	2,8453	3,1534	3,8496
21	0,1272	0,2566	0,3906	0,5325	0,6864	0,8591	1,0627	1,3232	1,7207	2,0796	2,5176	2,8314	3,1352	3,8193
22	0,1271	0,2564	0,3904	0,5321	0,6858	0,8583	1,0614	1,3212	1,7171	2,0739	2,5083	2,8188	3,1188	3,7922
23	0,1271	0,2563	0,3902	0,5317	0,6853	0,8575	1,0603	1,3195	1,7139	2,0687	2,4999	2,8073	3,104	3,7676
24	0,127	0,2562	0,39	0,5314	0,6848	0,8569	1,0593	1,3178	1,7109	2,0639	2,4922	2,797	3,0905	3,7454
25	0,1269	0,2561	0,3898	0,5312	0,6844	0,8562	1,0584	1,3163	1,7081	2,0595	2,4851	2,7874	3,0782	3,7251
26	0,1269	0,256	0,3896	0,5309	0,684	0,8557	1,0575	1,315	1,7056	2,0555	2,4786	2,7787	3,0669	3,7067
27	0,1268	0,2559	0,3894	0,5306	0,6837	0,8551	1,0567	1,3137	1,7033	2,0518	2,4727	2,7707	3,0565	3,6895
28	0,1268	0,2558	0,3893	0,5304	0,6834	0,8546	1,056	1,3125	1,7011	2,0484	2,4671	2,7633	3,047	3,6739
29	0,1268	0,2557	0,3892	0,5302	0,683	0,8542	1,0553	1,3114	1,6991	2,0452	2,462	2,7564	3,038	3,6595
30	0,1267	0,2556	0,389	0,53	0,6828	0,8538	1,0547	1,3104	1,6973	2,0423	2,4573	2,75	3,0298	3,646
31	0,1267	0,2555	0,3889	0,5298	0,6825	0,8534	1,0541	1,3095	1,6955	2,0395	2,4528	2,744	3,0221	3,6335
32	0,1267	0,2555	0,3888	0,5297	0,6822	0,853	1,0535	1,3086	1,6939	2,0369	2,4487	2,7385	3,0149	3,6218
33	0,1266	0,2554	0,3887	0,5295	0,682	0,8526	1,053	1,3077	1,6924	2,0345	2,4448	2,7333	3,0082	3,6109
34	0,1266	0,2553	0,3886	0,5294	0,6818	0,8523	1,0525	1,307	1,6909	2,0322	2,4411	2,7284	3,002	3,6007
35	0,1266	0,2553	0,3885	0,5292	0,6816	0,852	1,052	1,3062	1,6896	2,0301	2,4377	2,7238	2,9961	3,5911
36	0,1266	0,2552	0,3884	0,5291	0,6814	0,8517	1,0516	1,3055	1,6883	2,0281	2,4345	2,7195	2,9905	3,5821
37	0,1265	0,2552	0,3883	0,5289	0,6812	0,8514	1,0512	1,3049	1,6871	2,0262	2,4314	2,7154	2,9853	3,5737
38	0,1265	0,2551	0,3882	0,5288	0,681	0,8512	1,0508	1,3042	1,686	2,0244	2,4286	2,7116	2,9803	3,5657
39	0,1265	0,2551	0,3882	0,5287	0,6808	0,8509	1,0504	1,3036	1,6849	2,0227	2,4258	2,7079	2,9756	3,5581
40	0,1265	0,255	0,3881	0,5286	0,6807	0,8507	1,05	1,3031	1,6839	2,0211	2,4233	2,7045	2,9712	3,551
41	0,1264	0,255	0,388	0,5285	0,6805	0,8505	1,0497	1,3025	1,6829	2,0195	2,4208	2,7012	2,967	3,5443
42	0,1264	0,255	0,388	0,5284	0,6804	0,8503	1,0494	1,302	1,682	2,0181	2,4185	2,6981	2,963	3,5377
43	0,1264	0,2549	0,3879	0,5283	0,6802	0,8501	1,0491	1,3016	1,6811	2,0167	2,4163	2,6951	2,9592	3,5316
44	0,1264	0,2549	0,3878	0,5282	0,6801	0,8499	1,0488	1,3011	1,6802	2,0154	2,4141	2,6923	2,9555	3,5258
45	0,1264	0,2549	0,3878	0,5281	0,68	0,8497	1,0485	1,3007	1,6794	2,0141	2,4121	2,6896	2,9521	3,5203
46	0,1264	0,2548	0,3877	0,5281	0,6799	0,8495	1,0482	1,3002	1,6787	2,0129	2,4102	2,687	2,9488	3,5149
47	0,1263	0,2548	0,3877	0,528	0,6797	0,8493	1,048	1,2998	1,6779	2,0117	2,4083	2,6846	2,9456	3,5099
48	0,1263	0,2548	0,3876	0,5279	0,6796	0,8492	1,0478	1,2994	1,6772	2,0106	2,4066	2,6822	2,9426	3,505
49	0,1263	0,2547	0,3876	0,5278	0,6795	0,849	1,0475	1,2991	1,6766	2,0096	2,4049	2,68	2,9397	3,5005
50	0,1263	0,2547	0,3875	0,5278	0,6794	0,8489	1,0473	1,2987	1,6759	2,0086	2,4033	2,6778	2,937	3,496
60	0,1262	0,2545	0,3872	0,5272	0,6786	0,8477	1,0455	1,2958	1,6706	2,0003	2,3901	2,6603	2,9146	3,4602
70	0,1261	0,2543	0,3869	0,5268	0,678	0,8468	1,0442	1,2938	1,6669	1,9944	2,3808	2,6479	2,8987	3,435
80	0,1261	0,2542	0,3867	0,5265	0,6776	0,8461	1,0432	1,2922	1,6641	1,9901	2,3739	2,6387	2,887	3,4164
90	0,126	0,2541	0,3866	0,5263	0,6772	0,8456	1,0424	1,291	1,662	1,9867	2,3685	2,6316	2,8779	3,4019
100	0,126	0,254	0,3864	0,5261	0,677	0,8452	1,0418	1,2901	1,6602	1,984	2,3642	2,6259	2,8707	3,3905
110	0,126	0,254	0,3863	0,5259	0,6767	0,8449	1,0413	1,2893	1,6588	1,9818	2,3607	2,6213	2,8648	3,3811
120	0,1259	0,2539	0,3862	0,5258	0,6765	0,8446	1,0409	1,2886	1,6576	1,9799	2,3578	2,6174	2,8599	3,3734
130	0,1259	0,2539	0,3862	0,5257	0,6764	0,8444	1,0406	1,2881	1,6567	1,9784	2,3554	2,6142	2,8557	3,367
140	0,1259	0,2538	0,3861	0,5256	0,6762	0,8442	1,0403	1,2876	1,6558	1,9771	2,3533	2,6114	2,8522	3,3613
infini	0,1257	0,2533	0,3853	0,5244	0,6744	0,8416	1,0364	1,2816	1,6449	1,96	2,3264	2,5759	2,8072	3,2908

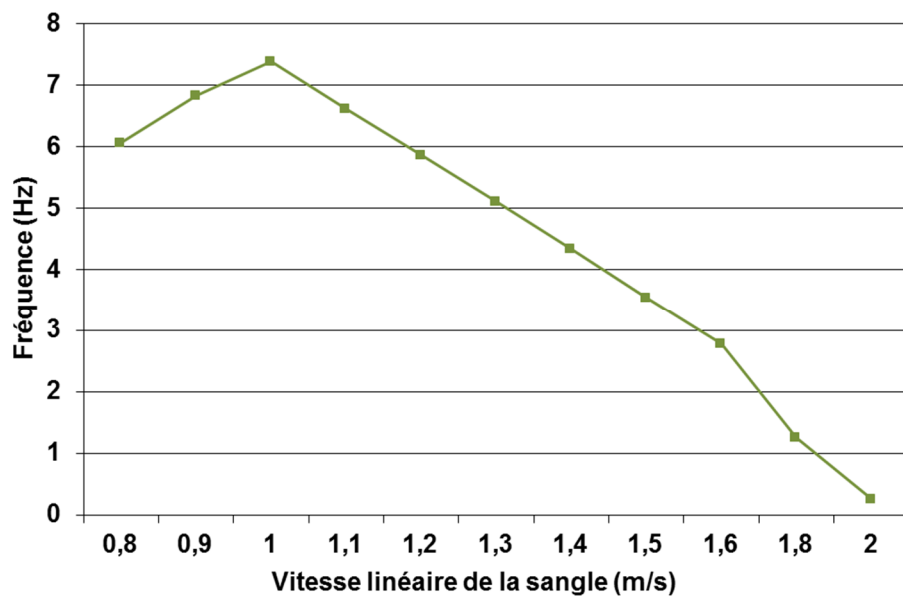
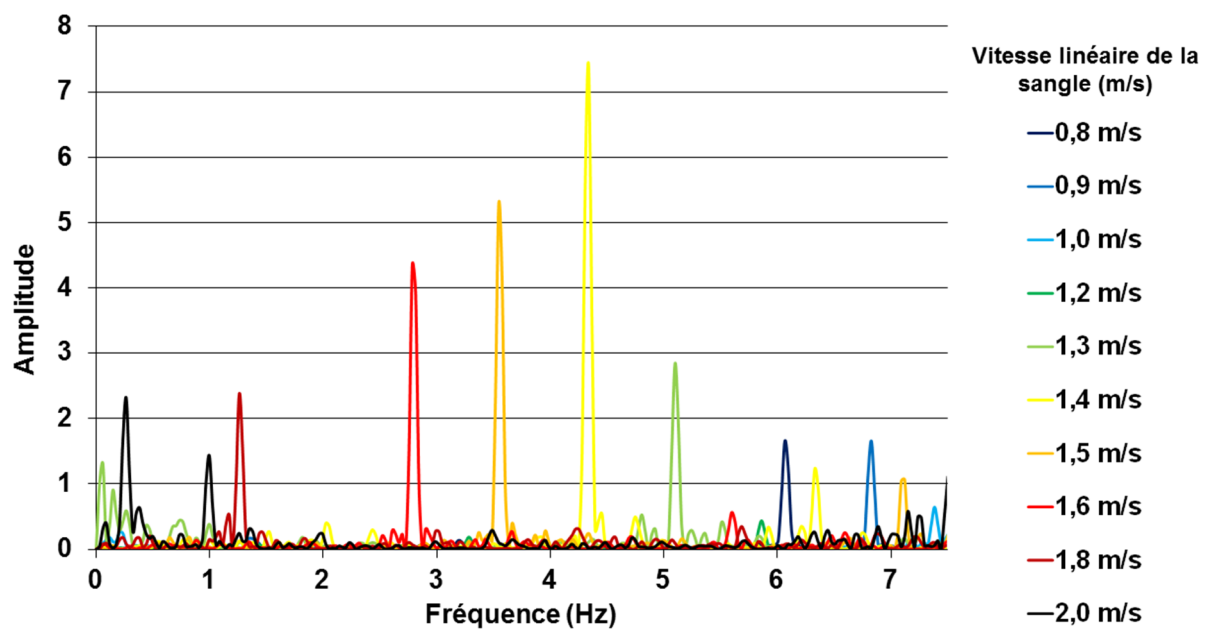
Annexe 6 : Spectre en fréquence des signaux de vitesses observés par PIV pendant la jetée du produit, en tête d'élévateur.

L'étude des spectres en fréquence des signaux de vitesses des particules pendant le processus de vidange en tête d'élévateur (réalisés par une transformée de Fourier rapide) a mis en évidence un phénomène qui mérite une attention particulière mais qui reste sans explication certaine et pertinente pour le moment.

Les signaux de vitesse du produit sont obtenus en plusieurs points, répartis sur une droite horizontale juste au-dessus de la bavette de jetée (figure ci-dessous). Le traitement spectral de ces signaux a été réalisé pour toutes les vitesses de sangle, de 0,8 à 2 m/s, avec un pas de 0,1 m/s



Les résultats des spectres pour chaque point sont tous similaires à celui illustré par la figure ci-dessous. Une fréquence notable apparaît donc pour chaque vitesse de sangle. Elle semble augmenter entre 0,8 et 1 m/s (vidanges gravitaires) et diminuer linéairement (environ 1 Hz pour 0,1 m/s) à partir des vitesses de sangle correspondant à des profils de vidange mixte (1,2 m/s). Ceci témoigne donc d'un phénomène qui apparaît moins régulièrement ("de moins en moins souvent") lorsque la vitesse de sangle augmente.



Étude expérimentale du comportement des aérosols et de leurs dépôts dans un élévateur à godets : impact sur la contamination croisée en alimentation animale.

Experimental study of aerosol behavior and their deposits in a bucket elevator : impact on carry-over of micro-ingredients in animal feed industry

Résumé

La problématique des contaminations croisées (transfert inter-lots de micro-ingrédients : additifs et/ou produits médicamenteux) dans le secteur de l'alimentation animale est entrée, depuis quelques décennies, au cœur des préoccupations de la profession. Ce phénomène se décompose en 2 phases : le dépôt de particules par un lot de fabrication et sa récupération par le/les lot(s) suivant(s). Plusieurs études expérimentales, ont incriminé l'élévateur à godets post-mélangeur dans l'augmentation du niveau de contamination d'une ligne de fabrication. Cet appareil de manutention achemine verticalement des mélanges pulvérulents de diverses matières premières, pouvant contenir, en particulier, des additifs ou des produits médicamenteux.

L'objectif de ces travaux est de comprendre dans quelles mesures cet appareil est source de transfert inter-lots, et quels paramètres liés au procédé entrent en jeu.

Plusieurs outils ont été mis en place et la réalisation d'un plan d'expériences a permis de mettre en lumière l'impact de certains facteurs sur la contamination croisée : d'une part, le mode de vidange (lié à la vitesse de la sangle) en tête de l'élévateur et l'angle de la bavette de jetée agissent sur la quantité de micro-ingrédient déposée lors du passage d'un lot, et d'autre part, l'espace autour des godets, modifie la capacité du lot suivant à collecter les reliquats.

Ces informations définissent une position optimale des paramètres de l'élévateur qui, sur pilote, réduit le niveau de contaminations croisées de 9 à 7 %

Enfin, des observations des champs de vitesses pendant la jetée du produit ont apporté de éléments de compréhension sur mouvements d'air et d'aérosols à l'origine des contaminations.

Mots clés

Transfert inter-lots, contamination croisée, aérosols, manutention de pulvérulents, vélocimétrie de particules, alimentation animale

Abstract

Carry-over of additives and/or medicated products is a common issue in feed industry and, by extension in most of powder handling industries. Currently carry-over rate of a production line can be accurately defined but the causes are not identified yet. It can be broken into 2 phases: firstly, particle deposit during one batch processing and then, their collecting during the following batches.

Experimental studies, carried out on industrial sites or on test benches, charged the bucket elevator situated just after the mixer to be responsible for a significant increase of cross contamination rate of industrial feed production lines. Therefore this work focuses on this handling device. It transfers mixing of several raw materials in powdery forms, which may contain micro-ingredients, especially additives or medicated products.

The aim of this study is to understand how process operations affect cross contamination rates during bucket elevator handling. A test bench of this handling device, a reference product and laboratory methods have been set up. Moreover, an experimental fractional factorial design highlights the effects of several process parameters: on one hand the discharge phase on elevator head (linked to belt velocity) and the discharge spout angle act on micro-ingredients deposit mass. On the other hand, spacing between buckets and the leg's inner surface influences micro-ingredients collected mass.

Furthermore, ideal position of process parameters has been defined. By this way, cross contamination rate on the test bench has been decreased from 9 to 7 percent.

Finally, velocity fields observations during the discharge phase leads to better understanding of how these process parameters influence cross contamination rate.

Key words

Carry-over of micro-ingredients, aerosols, powder handling, particle image velocimetry, animal feeding industry